

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局



(43) 国際公開日  
2004 年 3 月 25 日 (25.03.2004)

PCT

(10) 国際公開番号  
WO 2004/024798 A1

(51) 国際特許分類<sup>7</sup>: C08G 77/48,  
C08L 83/14, A61K 7/00, 7/032, 7/48, C08G 77/46, C08L  
83/12, A61K 7/02, 7/06, 7/027, 7/38

(21) 国際出願番号: PCT/JP2003/011613

(22) 国際出願日: 2003 年 9 月 11 日 (11.09.2003)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:  
特願2002-266357 2002 年 9 月 12 日 (12.09.2002) JP

(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 信越化学  
工業株式会社 (SHIN-ETSU CHEMICAL CO., LTD.)  
[JP/JP]; 〒100-0004 東京都千代田区大手町2-6-1 Tokyo  
(JP).

(72) 発明者; および

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 中西 鉄雄  
(NAKANISHI, Tetsuo) [JP/JP]; 〒379-0224 群馬県碓

氷郡 松井田町大字人見1-10 信越化学工業株式会社  
シリコン電子材料技術研究所内 Gunma (JP). 作田  
晃司 (SAKUTA, Koji) [JP/JP]; 〒379-0224 群馬県碓氷  
郡 松井田町大字人見1-10 信越化学工業株式会社 シ  
リコン電子材料技術研究所内 Gunma (JP). 橋 清美  
(TACHIBANA, Kiyomi) [JP/JP]; 〒100-0004 東京都千  
代田区大手町2-6-1 信越化学工業株式会社内 Tokyo  
(JP).

(74) 代理人: 赤尾 謙一郎, 外 (AKAO, Kenichiro et al.); 〒  
104-0031 東京都中央区京橋3-3-2 京橋日英ビル  
4 階 Tokyo (JP).

(81) 指定国 (国内): JP, KR, US.

(84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (DE, FR, GB).

添付公開書類:  
— 国際調査報告書

2 文字コード及び他の略語については、定期発行される  
各 PCT ガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語  
のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: NOVEL ORGANOPOLYSILOXANE POLYMER, PASTY COMPOSITION, AND COSMETIC PREPARATION CONTAINING THE COMPOSITION

(54) 発明の名称: 新規なオルガノポリシロキサン重合体及びペースト状組成物並びにその組成物を用いた化粧料

(57) Abstract: An organopolysiloxane polymer containing a glycerol derivative, characterized in that it can take up a liquid oil in an amount by weight not smaller than that of itself and be swollen therewith; a pasty composition comprising the polymer and a liquid oil incorporated therein; and a cosmetic preparation containing either of the polymer and the pasty composition.

(57) 要約: グリセリン誘導体を有するオルガノポリシロキサン重合体であって、自重と同重量以上の液状油を含んで膨潤することのできることを特徴とするオルガノポリシロキサン重合体、該重合体に液状油剤を含ませてなるペースト状組成物、及び、これらの重合体やペースト状組成物を含有させた化粧料。



WO 2004/024798 A1

## 明 細 書

新規なオルガノポリシロキサン重合体及びペースト状組成物並びにその組成物を用いた化粧品

5

## 技術分野

本発明はグリセリン誘導体を有する親水性オルガノポリシロキサン重合体に関し、特に、該オルガノポリシロキサン重合体と液状油剤からなるペースト状組成物、及びそのペースト状組成物等を配合してなる化粧品に関する。

10

## 背景技術

シリコーン油は、従来からその安全性等のために化粧品を初めとする諸分野において各種組成物の基油として用いられている。特に化粧品のスキンケア、メイキャップ等の用途においては  $100 \text{ mm}^2/\text{s}$  以下の低粘度シリコーン油が、その優れた伸展性、さっぱり感及び安全性の高さ等のために注目され、使用が広く検討されている。

しかしながら、低粘度シリコーン油を基油として、例えば、流動性のないペースト状組成物を調製する場合には、増粘剤の添加量を増加させる必要があるために、滑らかで均一な組成物が得られ難く、しかも得られる組成物からは低粘度シリコーン油の分離、排出が起こり易いために安定性が低いという問題があった。

かかる問題を解決するために、従来、低粘度シリコーン油の増粘剤として、デキストリン脂肪酸エステル（特開昭62-121764号、同62-143971号、同62-143970号、同63-159489号の各公報）、蔗糖脂肪酸エステル（特開昭63-235366号公報）、トリメチルシリル化ポリビニルアルコールやトリメチルシリル化多糖類（特開昭62-240335号公報）、脂肪酸エステル基含有セルロースエーテル（特開昭63-260955号公報）等の有機系材料や有機変性粘土鉱物（特開昭62-45656号、同62-54759号、同63-72779号の公報）等の無機系材料を利用することが提案されている。

しかしながら、これらの有機系または無機系材料を増粘剤として用いると、低粘度シリコン油が本来有するさっぱり感、高伸展性等の特性が減退するという問題がある。そこで、特定のシリコン重合物を増粘剤とし、これと低粘度シリコン油とを剪断力下で処理することにより、均一なペースト状組成物を得る方法が提案されている（特開平 2-43263 号）。

ところで、化粧品分野では、組成物中に油分だけでなく、水分も必要成分として配合される処方が多い。このような場合、常法に従って界面活性剤を使用するが、シリコン油と水を均一且つ安定な状態で分散させることは困難であり、前記特開平 2-43263 号公報に記載されているシリコン増粘剤も、シリコン油に対して優れた増粘性を有するものの、水を配合した場合には均一分散しないという欠点を有する。なお、界面活性剤は皮膚に対して刺激性を有するものもあるので、それを使用すること自体好ましくない。

この欠点を解決するために、特許第 2631772 号及び特開平 5-140320 号各公報では、シリコン増粘剤の分子中にポリオキシアルキレン基を導入することが提案されている。ここに開示された組成物は乳化特性に優れているものの、組成物が長期保存されると pH が低下すること、及び乳化物が異臭を発生するという問題点がある。

上記欠点を改善するためのポリエーテル変性シリコンの精製方法として、酸性水溶液で処理する方法（特公平 7-91389 号公報）、及び水素添加により不飽和基を処理する方法（特開平 7-330907 号公報）が知られている。しかしながら、架橋重合体にこれらの精製方法を応用し、塩酸水等の腐食性のある酸性水溶液で処理する場合には、グラスライニングされた装置を使用しないと装置が腐食されるという問題点がある。また、この方法では臭いの低減化には効果が認められても、ポリオキシエチレン鎖に特徴的な自動酸化による pH 低下を抑えることができず、またポリオキシエチレン鎖の分解による粘度低下と酸敗臭の発生も抑制することができない。酸化防止剤の添加によって上記の問題点を抑制することはできるがその効果は十分ではない。一方、水素添加処理方法を行なうには、パラジウム、ニッケル等の重金属触媒を濾過精製によって除去することができないので、これらの重合金属触媒が組成物中に残留することになるため化粧品

用途として適さない。

本発明者は、上記欠点を解決するために鋭意検討を行った結果、(1) 親水性有機基としてグリセリン類を含有させた重合物は、ポリオキシアルキレン鎖を有するオルガノポリシロキサン重合物と比較して、各種油剤に対する溶解性や乳化性が良いこと、(2) さらに該グリセリン含有重合物、並びに該重合物及び液状油剤からなるペースト状組成物に酸性物質を加えて加熱処理し、次いで塩基性物質で中和した後、揮発成分を除去することにより、保存安定性が良好で、異臭発生もなくなる組成物が得られることを見だし、本発明に到達した。

10 従って、本発明の第1の目的は、乳化機能を有する親水性ポリシロキサン重合物を提供することにある。

本発明の第2の目的は、乳化機能を有し、保存安定性に優れると共に異臭を発生しないペースト状組成物を提供することにある。

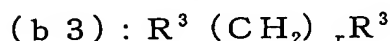
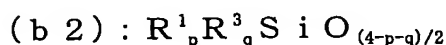
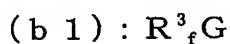
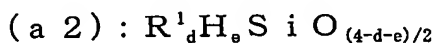
15 本発明の第3の目的は、異臭を発生せず、使用感や長期保存性に優れた化粧料を提供することにある。

#### 発明の開示

本発明の上記の諸目的は、グリセリン誘導体を有するオルガノポリシロキサン重合物であって、かつ自重と同重量以上の液状油を含んで膨潤することのできることを特徴とするオルガノポリシロキサン重合物、該重合物を用いたペースト状組成物、及びそれらを含有する化粧料によって達成された。本発明によれば、たとえば該組成物に同量の水を加えて、60℃で24時間加熱したときに発生するプロピオンアルデヒド量を100ppm以下とすることが可能である。また、本ペースト状組成物を含有する化粧料は、経時安定性に優れると共に、さっぱりとしたシリコーン特有の使用感さらには後肌のしっとり感を提供することが可能である。尚、本発明のペースト状組成物には、オルガノポリシロキサン重合物と液状油剤とを単に混合したものや、オルガノポリシロキサン重合物と液状油剤とを混合して混練したもの等を含む。

発明を実施するための最良の形態

本発明の親水性オルガノポリシロキサン重合物は、下記一般式 (a 1) 及び／または下記一般式 (a 2) で表されるオルガノハイドロジェンポリシロキサンと、下記の一般式 (b 1) で表されるアルケニル基を有するグリセリン誘導体、一般式 (b 2) で表されるアルケニル基を有するオルガノポリシロキサンおよび下記一般式 (b 3) で表されるアルケニル基を有する炭化水素の中から選択される少なくとも 1 種の化合物との組み合わせのうち、前記一般式 (a 1) または (b 1) で表される成分を必須成分として付加重合してなるオルガノポリシロキサン重合物である。



15 上記 (a 1) 成分は平均組成式  $R^1_a R^2_b H_c Si O_{(4-a-b-c)/2}$  で表される。式中、 $R^1$  は置換又は非置換の炭素数 1 ~ 30 でアルケニル基を有しない 1 価炭化水素基である。これらは、アルキル基、アリール基、アラルキル基またはハロゲン化炭化水素基であり、具体例としては、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基、ステアリル基やベヘニル基等のアルキル基；シクロペンチル基、シクロヘキシル基等の飽和脂環式炭化水素基；フェニル基、トリル基等のアリール基；フェネチル基等のアラルキル基；トリフロロプロピル基、ノナフロロヘキシル基、ヘプタデシ

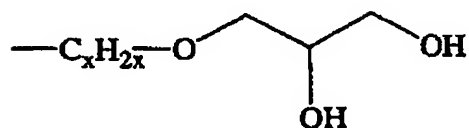
20 ルフロロデシル基等のフッ素置換アルキル基などを挙げることができる。

$R^2$  はグリセリン誘導体 G を有する 1 価の基であって、好ましくは一般式  $-C_x H_{2x} G$  で表されるグリセリン誘導体を表す。ここで、 $C_x H_{2x}$  は X が 2 ~ 20 の二価炭化水素基である。 $C_x H_{2x}$  基の具体例としては

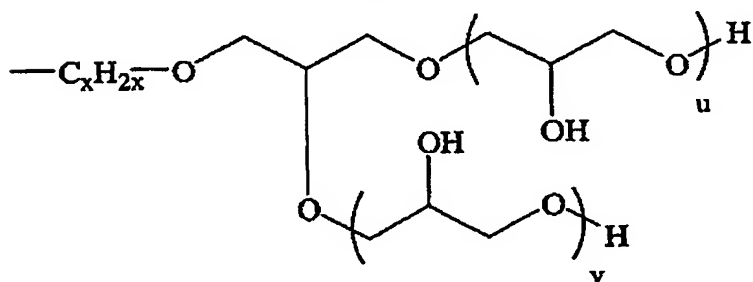
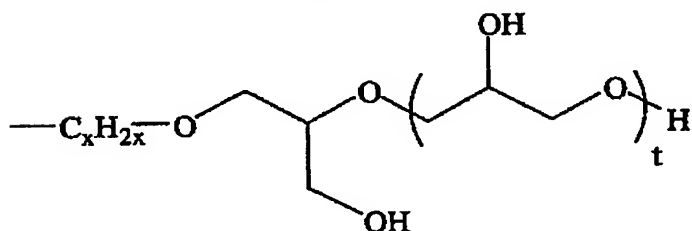
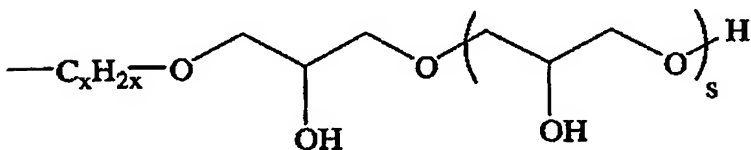
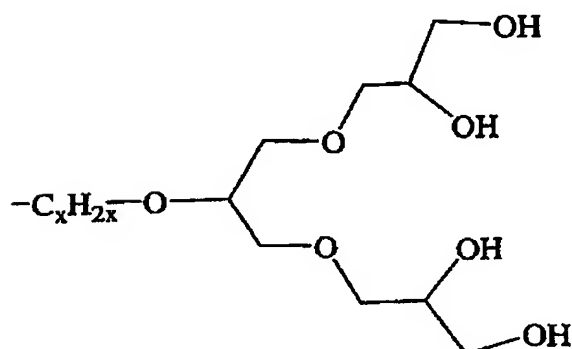
—  $(CH_2)_2$  —、—  $(CH_2)_3$  —、—  $CH_2CH(CH_3)CH_2$  —、—  $(CH_2)_4$  —、—  $(CH_2)_5$  —、—  $(CH_2)_6$  —、—  $(CH_2)_7$  —、—  $(CH_2)_8$  —、—  $(CH_2)_9$  —、—  $CH_2CH(CH_2CH_2CH_3)$  —、—  $CH_2CH(CH_2CH_3)$  — 等があげられる

。

R<sup>2</sup>の例としては以下のグリセリンエーテル類が挙げられる。C<sub>x</sub>H<sub>2x</sub>基は有機基の末端に存在することが好ましいが、下記式に示すグリセリン誘導体のように、C<sub>x</sub>H<sub>2x</sub>基がグリセリン鎖内部の水酸基に結合しても良い。



5



上記、グリセリン化合物を表す式中の s、t、u および v は 1～20 の整数であり、好ましくは 1～10 である。また、水酸基の一部がアルコキシ基又はエス

テル基で置換されていても良い。

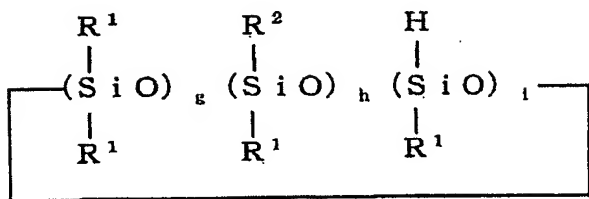
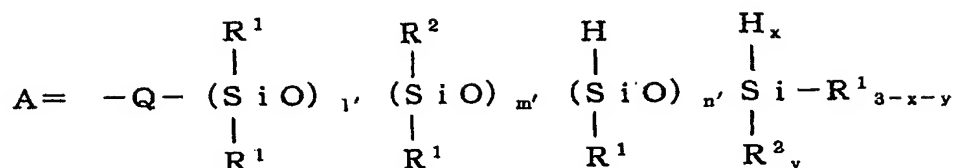
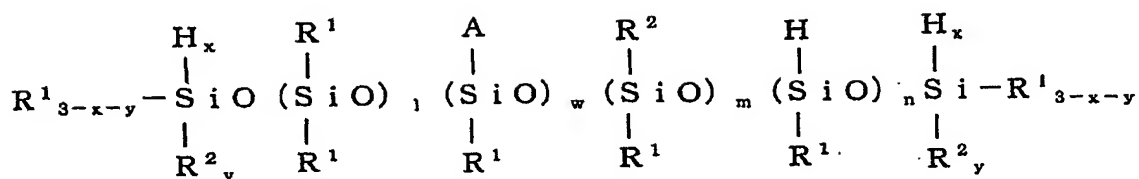
上記グリセリン誘導体は、たとえばグリセリンとアリルグリシジルエーテルとを反応させることによって、アリル基1モルを有するグリセリン誘導体を合成することが可能であり、ポリグリセリン誘導体は、グリセリンモノアリルエーテル  
5 を出発原料としてグリシドールを数モル反応させることによって得ることができる。このアリル化ポリグリセリンに定法に従って付加反応させることによって $R^2$ を導入することが可能である。

(a 1) 成分は、一般式 $R^1_a R^2_b H_c Si O_{(4-a-b-c)/2}$ で表される。ここで、aは1  
10 . 0~2. 3であるが、好ましくは1. 2~2. 1であり、bは0. 001~1  
. 0であるが、好ましくは0. 005~0. 5であり、cは0. 001~1. 0  
であるが、好ましくは0. 005~0. 5である。aが1. 0より小さいと架橋  
度が高くなりすぎるために自重と同重量以上の液状油を含み得ず、2. 3より大  
きいと架橋度が低くなりすぎるため、三次元架橋構造の形成が困難になる。bが  
0. 001より小さいと親水性が低くなるため油中水型(W/O)乳化組成物の  
15 形成が困難になり、1. 0より大きいと親水性が高くなりすぎるため同じく油中  
水型乳化組成物の形成が困難になる。

cが0. 001より小さいと架橋度が低くなるため三次元架橋構造の形成が困  
難になり、1. 0より大きいと架橋度が高くなりすぎるために自重と同重量以上  
の液状油を含みえなくなる。また、 $a+b+c$ は1. 5~2. 6であるが、好ま  
20 しくは1. 8~2. 2である。このオルガノポリシロキサンは、重合反応を円滑  
に進める観点から直鎖状、若しくは主として直鎖状であることが好ましいが、そ  
の構成単位として $R^1 Si O_{3/2}$ や $Si O_2$ などを有する、一部分岐単位を含有する  
直鎖状、分岐状、環状の何れであっても良い。

(a 1) 成分の具体例としては下記式で表される化合物があげられる。

7



$R^1$ ,  $R^2$ は上記した基を表し、

$x$ 、 $y$ は0または1で $x+y=1$ 、

- 5  $0 \leq l \leq 100$ 、 $0 \leq m \leq 100$ 、 $0 \leq n \leq 100$ 、 $0 \leq w \leq 100$ 、  
 $0 \leq l' \leq 100$ 、 $0 \leq m' \leq 100$ 、 $0 \leq n' \leq 100$ 、  
 $0 \leq l+m+n \leq 200$ 、 $0 \leq l'+m'+n' \leq 200$ 、

$Q$ は酸素原子又は炭素数2～20の二価炭化水素基、

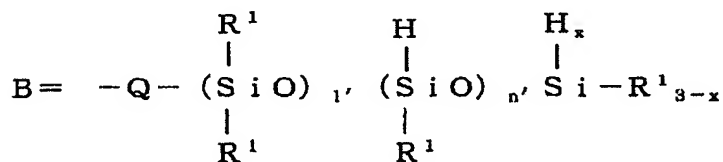
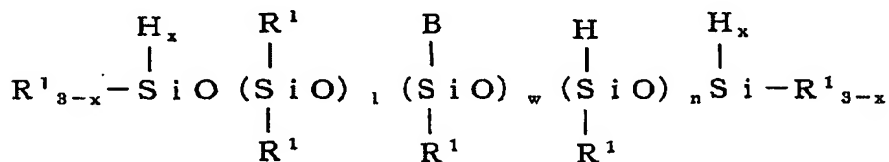
$0 \leq g \leq 8$ 、 $0 \leq h \leq 8$ 、 $0 \leq i \leq 8$ 、 $3 \leq g+h+i \leq 8$ 、である。

- 10 (a 2) 成分は一般式 $R^1_d H_e Si O_{(4-d-e)/2}$ で表される。 $d$ は1.0～2.3であるが、好ましくは1.2～2.1であり、 $e$ は0.001～1.0であるが、好ましくは0.005～0.5である。 $d$ が1.0より小さいと架橋度が高くなりすぎるために自重と同重量以上の液状油を含み得ず、2.3より大きいと架橋度が低くなりすぎるため、三次元架橋構造の形成が困難になる。 $e$ が0.001より小さいと架橋度が低くなりすぎるため、三次元架橋構造の形成が困難になり、1.0より大きいと架橋度が高くなりすぎるために自重と同重量以上の液状油を含み得なくなる。このオルガノポリシロキサンは、重合反応を円滑に進める観
- 15

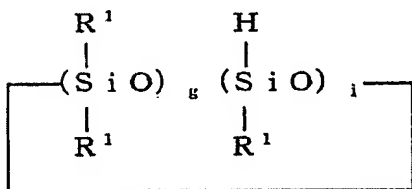


点から直鎖状、若しくは主として直鎖状であることが好ましいが、その構成単位として $R^1SiO_{3/2}$ や $SiO_2$ などを有する、一部分岐単位を含有する直鎖状、分岐状、環状の何れであっても良い。

(a 2) 成分の具体例としては下記式で表される化合物があげられる。



5



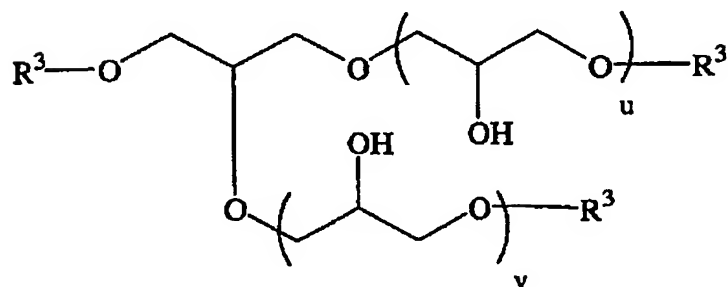
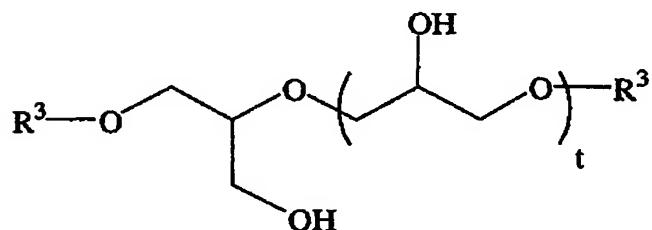
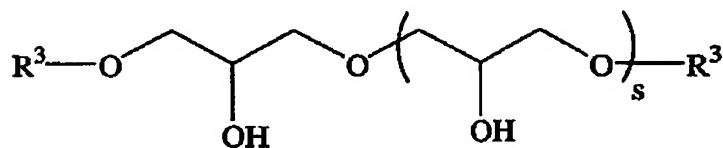
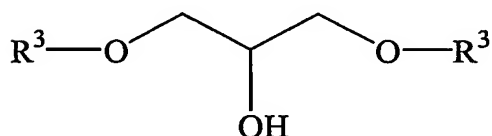
$R^1$ は上記した基を表し、

$x$ 、 $l$ 、 $n$ 、 $w$ 、 $l'$ 、 $n'$ 、 $g$ 、 $i$ は上記した(a 1)成分の場合と同一であり、 $3 \leq g + i \leq 8$ 、である。

- 10 (b 1) 成分は一般式 $R^3_fG$ で表されるアルケニル基を有するグリセリン誘導体である。 $R^3$ は炭素数2～20のアルケニル基であって、脂肪族不飽和炭化水素あるいは脂環式不飽和炭化水素である。 $R^3$ は好ましくは一般式 $C_YH_{2Y-1}$ で表されるアルケニル基を有する炭化水素基であって、 $Y$ は2～20の整数である。
- 15  $-C_YH_{2Y-1}$ 基を例示すると、ビニル基、1-プロペニル基、アリル基、イソプロペニル基、1-ブテニル基、2-ブテニル基、3-ブテニル基、2-メチルアリル基、2-ペンテニル基、4-ペンテニル基、5-ヘキセニル基、および10-ウンデセニル基が挙げられる。これらのうち、 $Y=2$ あるいは3のビニル基及

びアリル基が好ましい。Gはグリセリンあるいはポリグリセリンであって、グリセリン誘導体中のアルケニル基 ( $R^3$ ) は誘導体末端にあることが好ましい。また f は 2 ~ 10 の整数であるが、好ましくは 2 あるいは 3 である。このような (b1) 成分は、グリセリンあるいはポリグリセリンの水酸基とアルケニルアルコールあるいはアルケニルグリシジルエーテルとのエーテル化反応により合成される。

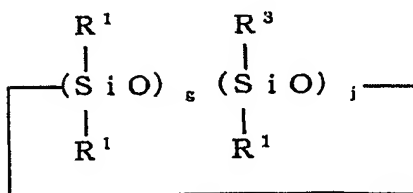
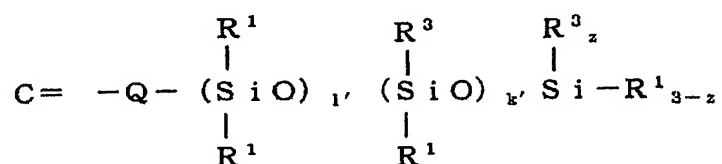
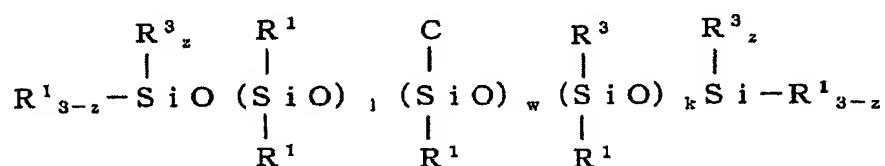
(b 1) の例としては以下の式に示すグリセリンエーテル類が挙げられるが、これらの混合物であっても良い。R<sup>3</sup>基はグリセリン誘導体の末端に存在することが好ましいが、下記式に示すグリセリン誘導体のように、R<sup>3</sup>基がグリセリン鎖内部の水酸基に結合しても良い。但し、s、t、u、vは、それぞれ1～20の整数である。



(b2) 成分は、一般式  $R^1_p R^3_q SiO_{(4-p-q)/2}$  で表される。  $R^3$  は (b1) 成分

で記載したアルケニル基である。pは1.0～2.3であるが、好ましくは1.2～2.1であり、qは0.001～1.0であるが、好ましくは0.005～0.5である。pが1.0より小さいと架橋度が高くなりすぎるために自重と同重量以上の液状油を含み得なくなり、2.3より大きいと架橋度が低くなりすぎるため、三次元架橋構造の形成が困難になる。qが0.001より小さいと架橋度が低くなりすぎるため、三次元架橋構造の形成が困難になり、1.0より大きいと架橋度が高くなりすぎるために自重と同重量以上の液状油を含み得なくなる。このオルガノポリシロキサンは、重合反応を円滑に進める観点から直鎖状、若しくは主として直鎖状であることが好ましいが、その構成単位として $R^1SiO_{3/2}$ や $SiO_2$ などを有する、一部分岐単位を含有する直鎖状、分岐状、環状の何れであって良い。

(b2) 成分の具体例としては下記式で表される化合物があげられる。



$R^1$ ,  $R^3$ は上記した基を表す。

zは0または1、

$0 \leq k \leq 100$ ,  $0 \leq k' \leq 100$ ,  
 $0 \leq 1 + k \leq 200$ ,  $0 \leq 1' + k' \leq 200$ ,  $1 \leq j \leq 8$ ,  $3 \leq g + j \leq 8$ ,  
である。

(b 3) 成分は一般式  $R^3 (CH_2)_r R^3$  で表される。  $R^3$  は (b 1) 成分で記載したアルケニル基である。  $r$  は 0 ~ 20 の整数である。 (b 3) 成分としては、ブタジエン、ペンタジエン、ヘキサジエン、ヘプタジエン、オクタジエン、ノナジエン等のジエンなどが例示されるが、特にヘキサジエンが好ましい。

本発明のオルガノポリシロキサン重合物は、(a 1) と、(b 1) ~ (b 3) のいずれか 1 種以上との組み合わせ、(a 1 + a 2) と、(b 1) ~ (b 3) のいずれか 1 種以上との組み合わせ、(a 2) と (b 1) との組み合わせ、(a 2) と (b 1) と (b 2) との組み合わせ、又は (a 2) と (b 1) と (b 2) と (b 3) との組み合わせからなるが、好ましい組み合わせは以下の通りである。このようにして得られる本発明のオルガノポリシロキサン重合物は、液状油剤と混練することにより、ペースト状組成物を得ることができる。

1. (a 1) と、(b 2) 又は (b 3) の組み合わせ
2. (a 2) と (b 1) の組み合わせ

本発明のオルガノポリシロキサン重合物を得るには、白金化合物（例えば、塩化白金酸、アルコール変性塩化白金酸、塩化白金酸ービニルシロキサン錯体等）、又はロジウム化合物の存在下、室温又は加温下（約 50 ~ 120 °C）で反応させればよい。

反応を行なわせる際には、無溶剤で行なっても良いし、必要に応じて有機溶剤を使用しても良い。係る有機溶剤としては、例えば、メタノール、エタノール、2-プロパノール、ブタノール等の脂肪族アルコール；ベンゼン、トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素； $n$ -ペンタン、 $n$ -ヘキサン、シクロヘキサン等の脂肪族又は脂環式炭化水素；ジクロロメタン、クロロホルム、四塩化炭素等のハロゲン化炭化水素；アセトン、メチルエチルケトン等のケトン系溶剤等が挙げられる。特に化粧品用途として用いる観点からは、無溶剤とするか、エタノール又は 2-プロパノールを溶剤として使用することが好ましい。

本発明のペースト状組成物を得るためには、まずオルガノポリシロキサン重合

F----

12

物のみを合成した後精製し、次いで液状油剤を混合し混練することによって得ることができる。また、反応に用いた有機溶剤を含有したままの重合物を精製処理し、次いで溶剤及び臭い成分等の揮発成分を除去してから液状油剤を混合し、混練することによっても得ることができる。また、オルガノポリシロキサン重合物

5 物を液状油剤と混合した後、精製処理を行うこともできる。

前記精製処理は必要に応じて行われる。たとえば酸性物質を添加せずに水のみで行うことも可能である。しかしながら反応を一定に制御するためには有機酸あるいは無機酸及びその塩から選択される酸性物質を添加して行うことが好ましい。またこのとき添加する酸性物質の添加量は、オルガノポリシロキサン重合物 10 0 0 重量部に対して、0. 0 1 ~ 1 0 重量部、好ましくは 0. 0 2 ~ 5 重量部である。0. 0 1 重量部より少ないと脱臭効果が低く、1 0 重量部より多いと処理後の組成物中に中和塩が析出してくるため好ましくない。またこれらの有機酸はそのまま添加しても良いが、1 ~ 5 0 重量%水溶液として添加することが好ましい。しかしながら、液状油剤を含有しない重合物に有機酸水溶液を加えても、処  
15 理液との接触効率が低いため精製度を上げることも、中和反応も困難となる。

精製処理は、架橋重合物 1 0 0 重量部に対して 5 ~ 3 0 重量部の水溶液を添加することが接触効率の点で好ましい。酸性物質の水溶液の pH は 2 ~ 5 となるように行うが、pH があまり低いとシロキサン鎖の切断など、好ましくない反応が起こる可能性があるため、好ましい pH は 3 ~ 5 である。

20 酸性物質添加後の処理条件は、加熱しなくても良いが、2 0 ~ 1 5 0 °C、特に 5 0 ~ 1 0 0 °C に加熱することが好ましい。

塩基性中和剤はそのまま添加しても良いが、1 ~ 5 0 重量%水溶液として添加することが好ましい。また、添加量は上記酸性物質と塩基性中和剤との官能基当量が、1 / 0. 1 ~ 0. 1 / 1、好ましくは 1 / 0. 3 ~ 0. 3 / 1 であり、中  
25 和後の pH が 5 ~ 8 となるように調整される。

塩基性中和剤添加後の処理条件は、2 0 ~ 1 5 0 °C、好ましくは 2 0 ~ 8 0 °C である。

酸性物質の具体例としては、クエン酸、乳酸、酒石酸、りんご酸、グルタミン酸、酢酸、グリシン、リン酸二水素カリウム、コハク酸等が挙げられるが、特に

、クエン酸、乳酸、及びグルタミン酸が好ましい。

塩基性中和剤の具体例としては、炭酸ナトリウム、炭酸水素ナトリウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、リン酸水素二ナトリウム、酢酸ナトリウム等が挙げられるが、特に炭酸ナトリウム、炭酸水素ナトリウム、水酸化ナトリウムが  
5 好ましい。

これら酸性物質と塩基性中和剤は、中和されて生成する塩が pH の緩衝剤効果を有するような組み合わせの中から選択することが好ましく、このようにすることにより、臭いの低減化のみならず、組成物の pH 安定化効果を得ることが可能となる。

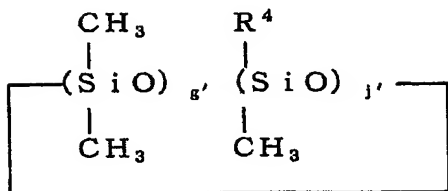
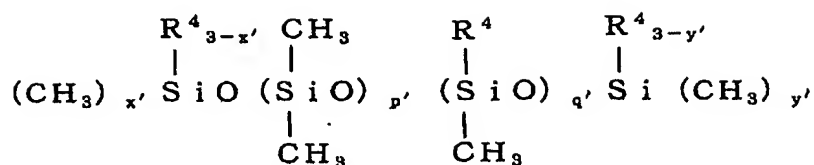
10 また、本発明のオルガノポリシロキサン重合物は自重と同重量以上の液状油剤を含んで膨潤することができることを特徴とするが、その確認は以下のようにして行なう。オルガノポリシロキサン重合物と液状油剤を同重量混合し、室温で静置する。静置後のサンプルを 100 メッシュの網の上に置き、5 分間放置しても液状油剤の分離が認められないことを確認する。

15 本発明のペースト状組成物を製造するにあたり、オルガノポリシロキサン重合物と液状油剤の混練は通常の攪拌機で行っても良いが、剪断力下で混練することが好ましい。これはオルガノポリシロキサン重合物が溶剤に溶解しない三次元架橋構造を有しているため、オルガノポリシロキサン重合物と液状油剤に十分な分散性を与えることによって、外観が滑らかなペースト状の組成物が得られるため  
20 である。

混練処理は、例えば 3 本ロールミル、2 本ロールミル、サイドグラインダー、コロイドミル、ガウリンホモジナイザー、ディスパー等で行なうことができるが、3 本ロール又はディスパーによる方法が好ましい。

本発明で用いる液状油剤としては、25℃において流動性を示すものであれば  
25 好適に用いることができる。使用性の点から好ましくは 25℃における動粘度が 1 ~ 10000 mm<sup>2</sup>/秒である液状油が使用される。このような液状油剤としては、シリコーン油、炭化水素油、エステル油、天然動植物油、半合成油等を挙げる  
ことができる。

シリコーン油としては、下記一般式で示されるものが挙げられる。



- 5      ここで $\text{R}^4$ は、水素原子、水酸基又は炭素数2～20の1価の非置換又はフッ素置換アルキル基、アリール基、アミノ置換アルキル基、アルコキシ基及び一般式 $(\text{CH}_3)_3\text{SiO}[(\text{CH}_3)_2\text{SiO}]_{s'}\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}_2-$ で示される基あるいは $\text{C}_4\text{H}_9(\text{CH}_3)_2\text{SiO}[(\text{CH}_3)_2\text{SiO}]_{s'}\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}_2-$ で示される基から選択される基である。 $p'$ は0～1000の整数、 $q'$ は0～1000の整数、 $p' + q'$ が1～2000の整数、 $x'$ 、 $y'$ は0、1、2又は3、 $g'$ 及び $j'$ は0～8の整数で $3 \leq g' + j' \leq 8$ 、 $r'$ は1～4の整数、 $s'$ は0～500の整数である。
- 10

- 15       $\text{R}^4$ の具体例としてエチル基、プロピル基、ブチル基、ヘキシル基、オクチル基、デシル基、ドデシル基、テトラデシル基、ヘキサデシル基、オクタデシル基、トリフロロプロピル基、ノナフロロヘキシル基、ヘプタデシルフロロデシル基、フェニル基、アミノプロピル基、ジメチルアミノプロピル基、アミノエチルアミノプロピル基、ステアロキシ基、ブトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基、セチロキシ基、ミリスチロキシ基、スチリル基、 $\alpha$ -メチルスチリル基等があげられるが、ヘキシル基、オクチル基、デシル基、ドデシル基、テトラデシル基、ヘキサデシル基、オクタデシル基、トリフロロプロピル基、フェニル基、アミノプロピル基、アミノエチルアミノプロピル基が好ましい。
- 20

上記したシリコーン油の具体例は、ジメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、メチルヒドロジェンポリシロキサン、ジメチルシロキサン・

- メチルフェニルシロキサン共重合体等の低粘度から高粘度の常温で液状であるオルガノポリシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン (D 4)、デカメチルシクロペンタシロキサン (D 5)、ドデカメチルシクロヘキサシロキサン (D 6)、テトラメチルテトラヒドロジェンシクロテトラシロキサン (H 4)、テトラメチルテトラフェニルシクロテトラシロキサン等の環状シロキサン、トリストリメチルシロキシシラン (M 3 T)、テトラキストリメチルシロキシシラン (M 4 Q)、トリストリメチルシロキシフェニルシラン等の分岐状シロキサン、ステアロキシリコーン等の高級アルコキシ変性シリコーン、アルキル変性シリコーン、アミノ変性シリコーン、フッ素変性シリコーン等が挙げられる。
- 10 炭化水素油としては、鎖式および環式の炭化水素油が挙げられる。しかしながら、セレシンあるいはワセリンなどのように常温で固体であるものは使用性の点から好ましくない。具体的には、 $\alpha$ -オレフィンオリゴマー、軽質イソパラフィン、軽質流動イソパラフィン、スクワラン、合成スクワラン、植物性スクワラン、スクワレン、流動パラフィン、流動イソパラフィン等が挙げられる。
- 15 エステル油としては、アジピン酸ジイソブチル、アジピン酸 2-ヘキシルデシル、アジピン酸ジ-2-ヘプチルウンデシル、モノイソステアリン酸 N-アルキルグリコール、イソステアリン酸イソセチル、トリイソステアリン酸トリメチロールプロパン、ジ-2-エチルヘキサン酸エチレングリコール、2-エチルヘキサン酸セチル、トリ-2-エチルヘキサン酸トリメチロールプロパン、テトラ-2-エチルヘキサン酸ペンタエリスリトール、オクタン酸セチル、オクチルドデシルガムエステル、オレイン酸オレイル、オレイン酸オクチルドデシル、オレイン酸デシル、ジオクタン酸ネオペンチルグリコール、ジカプリン酸ネオペンチルグリコール、クエン酸トリエチル、コハク酸 2-エチルヘキシル、酢酸アミル、酢酸エチル、酢酸ブチル、ステアリン酸イソセチル、ステアリン酸ブチル、セバシン酸ジイソプロピル、セバシン酸ジ-2-エチルヘキシル、乳酸セチル、乳酸ミリスチル、イソノナン酸イソノニル、イソノナン酸イソトリデシル、パルミチン酸イソプロピル、パルミチン酸 2-エチルヘキシル、パルミチン酸 2-ヘキシルデシル、パルミチン酸 2-ヘプチルウンデシル、1,2-ヒドロキシステアリル酸コレステリル、ジペンタエリスリトール脂肪酸エステル、ミリスチン酸イソブ
- 20
- 25



ロピル、ミリスチン酸オクチルドデシル、ミリスチン酸2-ヘキシルデシル、ミリスチン酸ミリスチル、ジメチルオクタン酸ヘキシルデシル、ラウリン酸エチル、ラウリン酸ヘキシル、N-ラウロイル-L-グルタミン酸-2-オクチルドデシルエステル、リンゴ酸ジイソステアリル等が挙げられる。

- 5     またエステル油の中で、グリセライド油の範疇にあるものとしては、アセトグリセリル、トリイソオクタン酸グリセリル、トリイソステアリン酸グリセリル、トリイソパルミチン酸グリセリル、モノステアリン酸グリセリル、ジ-2-ヘプチルウンデカン酸グリセリル、トリミリスチン酸グリセリル、ミリスチン酸イソステアリン酸ジグリセリル等が挙げられる。
- 10    高級脂肪酸としては、ウンデシレン酸、オレイン酸、リノール酸、リノレン酸、アラキドン酸、エイコサペンタエン酸 (EPA)、ドコサヘキサエン酸 (DHA)、イソステアリン酸、乳酸等が挙げられ、高級アルコールとしては、オレイルアルコール、イソステアリルアルコール、ヘキシルデカノール、オクチルドデカノール、セトステアリルアルコール、2-デシルテトラデシノール、モノオレイル
- 15    グリセリルエーテル (セラキルアルコール) 等が挙げられる。

また、天然動植物油剤及び半合成油剤としては、アボガド油、アーモンド油、オリーブ油、肝油、牛脚脂、キョウニン油、小麦胚芽油、ゴマ油、コメ胚芽油、コメヌカ油、サザンカ油、サフラワー油、シナモン油、スクワラン、スクワレン、タートル油、大豆油、茶実油、ツバキ油、月見草油、トウモロコシ油、ナタネ

20    油、日本キリ油、胚芽油、パーシク油、ヒマシ油、ヒマシ油脂肪酸メチルエステル、ヒマワリ油、ブドウ油、ホホバ油、マカデミアナッツ油、ミンク油、メドウホーム油、綿実油、トリヤシ油脂肪酸グリセライド、落花生油、液状ラノリン、酢酸ラノリンアルコール、ラノリン脂肪酸ポリエチレングリコール、卵黄油等が挙げられる。

- 25    グリセリン誘導体を親水性基とするオルガノポリシロキサン重合体と液状油剤との混合割合は、1/20~20/1 (重量比、液状油剤に対して) であることが好ましく、特に1/10~1/1であることが好ましい。

また、本発明は、上記いずれかの重合体あるいはペースト状組成物を (A) 成分として配合してなる化粧料であり、この化粧料は、(B) 成分として、ペースト

状組成物に配合された油剤とは異種の油剤、(C)成分として水、(D)成分として、分子構造中にアルコール性水酸基を有する化合物、(E)成分として、水溶性あるいは水膨潤性高分子、(F)成分として、粉体及び／又は着色剤、(G)成分として、界面活性剤、(H)成分として、親水性のない架橋型オルガノシリコーン  
5 重合物と液状油からなる組成物、及び(I)成分として、シリコーン樹脂から成る群から選択される少なくとも1種を含有してもよい。

本発明の化粧料に、その目的に応じて配合する(B)成分としての油剤は、通常の化粧料に使用される、固体、半固体、液状の何れの油剤も使用することができる。例えば、液状油に関してはペースト状組成物に使用された同じ液状油剤、  
10 あるいはその他の液状油剤及びその混合物を用いることができ、具体例は前述した通りである。

その他の油剤としては、例えば、天然動植物油脂類及び半合成油脂として、アマニ油、イボタロウ、エノ油、カカオ脂、カポックロウ、カヤ油、カルナウバロウ、キャンデリラロウ、牛脂、牛骨脂、硬化牛脂、鯨ロウ、硬化油、サトウキビ  
15 ロウ、シアバター、シナギリ油、ジョジョバロウ、セラックロウ、豚脂、ヌカロウ、馬脂、パーム油、パーム核油、硬化ヒマシ油、ベイベリーロウ、ミツロウ、綿ロウ、モクロウ、モクロウ核油、モンタンロウ、ヤシ油、硬化ヤシ油、羊脂、ラノリン、還元ラノリン、ラノリンアルコール、硬質ラノリン、酢酸ラノリン、ラノリン脂肪酸イソプロピル、POEラノリンアルコールエーテル、POEラノ  
20 リンアルコールアセテート、POE水素添加ラノリンアルコールエーテル等が挙げられる。但し、POEはポリオキシエチレンを意味する。

炭化水素油としては、オゾケライト、セレシン、パラフィン、パラフィンワックス、ポリエチレンワックス、ポリエチレン・ポリピロピレンワックス、プリスタン、ポリイソブチレン、マイクロクリスタリンワックス、ワセリン等；高級脂  
25 肪酸としては、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ベヘン酸、イソステアリン酸、12-ヒドロキシステアリン酸等が挙げられる。

高級アルコールとしては、ラウリルアルコール、ミリスチルアルコール、パルミチルアルコール、ステアリルアルコール、ベヘニルアルコール、ヘキサデシルアルコール、オレイルアルコール、イソステアリルアルコール、ヘキシルドデカ

ノール、オクチルドデカノール、セトステアリルアルコール、2-デシルテトラデシノール、コレステロール、フィトステロール、POEコレステロールエーテル、モノステアリルグリセリンエーテル（バチルアルコール）、モノオレイルグリセリルエーテル（セラキルアルコール）を用いることができる。

- 5      さらに、トリメチルシロキシケイ酸、トリメチルシロキシケイ酸の環状シロキサン溶液等が挙げられる。

またフッ素系油剤としては、パーフルオロポリエーテル、パーフルオロデカリン、パーフルオロオクタン等が挙げられる。（B）成分の配合量は、化粧品全体の1～95重量%の範囲が好適である。

- 10      本発明の化粧品には、その目的に応じて（C）成分として水を配合するが、その配合量は、化粧品全体の1～95重量%の範囲が好適である。

本発明の化粧品に、その目的に応じて（D）成分として添加する、分子構造中にアルコール性水酸基を有する化合物としては、エタノール、イソプロパノール等の低級アルコール、ソルビトール、マルトース等の糖アルコール等があり、コレステロール、シトステロール、フィトステロール、ラノステロール等のステロ

15      ール、ブチレングリコール、プロピレングリコール、ジブチレングリコール、ペンチルグリコール等の多価アルコール等があるが、通常は水溶性一価のアルコール、水溶性多価アルコールが多く用いられる。配合量は、化粧品全体の0.1～98重量%の範囲が好適である。

- 20      本発明の化粧品に、その目的に応じて（E）成分として添加する水溶性或いは水膨潤性高分子としては、例えば、アラビアゴム、トラガカント、ガラクトン、キャロブガム、グアーガム、カラヤガム、カラギーナン、ペクチン、寒天、クインスード（マルメロ）、デンプン（コメ、トウモロコシ、パレイショ、コムギ）、アルゲコロイド、トラントガム、ローカストビーンガム等の植物系高分子、キ
- 25      サンタンガム、デキストラン、サクシノグルカン、プルラン等の微生物系高分子、コラーゲン、カゼイン、アルブミン、ゼラチン等の動物系高分子、カルボキシメチルデンプン、メチルヒドロキシプロピルデンプン等のデンプン系高分子、メチルセルロース、エチルセルロース、メチルヒドロキシプロピルセルロース、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシメチルセルロース、ヒドロキシプロピル

セルロース、ニトロセルロース、セルロース硫酸ナトリウム、カルボキシメチルセルロースナトリウム、結晶セルロース、セルロース末のセルロース系高分子、アルギン酸ナトリウム、アルギン酸プロピレングリコールエステル等のアルギン酸系高分子、ポリビニルメチルエーテル、カルボキシビニルポリマー等のビニル系高分子、ポリオキシエチレン系高分子、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレン共重合体系高分子、ポリアクリル酸ナトリウム、ポリエチルアクリレート、ポリアクリルアミド、アクリロイルジメチルタウリン塩コポリマー等のアクリル系高分子、ポリエチレンイミン、カチオンポリマーなど他の合成水溶性高分子、ベントナイト、ケイ酸アルミニウムマグネシウム、モンモリロナイト、バイデライト、ノントロナイト、サポナイト、ヘクトライト、無水ケイ酸等の無機系水溶性高分子などがある。また、これらの水溶性高分子には、ポリビニルアルコールやポリビニルピロリドン等の皮膜形成剤も含まれる。(E)成分の配合量は、化粧料全体の0.1～25重量%の範囲が好適である。

本発明の化粧料に、その目的に応じてF)成分として添加する粉体としては、通常化粧料に使用されるものであれば、その形状(球状、針状、板状等)や粒子径(煙霧状、微粒子、顔料級等)、粒子構造(多孔質、無孔質等)を問わず、いずれのものも使用することができる。例えば無機粉体、有機粉体、界面活性剤金属塩粉体、有色顔料、パール顔料、金属粉末顔料、天然色素等があげられる。

無機粉体の具体例としては、酸化チタン、酸化ジルコニウム、酸化亜鉛、酸化セリウム、酸化マグネシウム、硫酸バリウム、硫酸カルシウム、硫酸マグネシウム、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、タルク、マイカ、カオリン、セリサイト、白雲母、合成雲母、金雲母、紅雲母、黒雲母、リチア雲母、ケイ酸、無水ケイ酸、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸マグネシウム、ケイ酸アルミニウムマグネシウム、ケイ酸カルシウム、ケイ酸バリウム、ケイ酸ストロンチウム、タングステン酸金属塩、ヒドロキシアパタイト、バーミキュライト、ハイジライト、ベントナイト、モンモリロナイト、ヘクトライト、ゼオライト、セラミックスパウダー、第二リン酸カルシウム、アルミナ、水酸化アルミニウム、窒化ホウ素、窒化ボロン、シリカ等が挙げられる。

有機粉体としては合成品と天然品に大別され、スチレン・アクリル酸共重合体

、ジビニルベンゼン・スチレン共重合体、ビニル樹脂、尿素樹脂、フェノール樹脂、フッ素樹脂、ケイ素樹脂、アクリル樹脂、メラミン樹脂、エポキシ樹脂、ポリカーボネイト樹脂に代表される合成品と微結晶繊維粉体、セルロース、シルクパウダー、デンプン末、ラウロイルリジン等の天然品が挙げられる。合成品の具体例としてはポリアミドパウダー、ポリエステルパウダー、ポリエチレンパウダー、ポリプロピレンパウダー、ポリスチレンパウダー、ポリウレタン、ベンゾグアナミンパウダー、ポリメチルベンゾグアナミンパウダー、テトラフルオロエチレンパウダー、ポリメチルメタクリレートパウダー、ナイロンパウダー、12ナイロン、6ナイロン、特開平3-93834号公報記載のジメチルポリシロキサンを架橋した構造を持つ架橋型球状ジメチルポリシロキサン微粉末、特開平3-47848号公報記載の架橋型球状ポリメチルシルセスキオキサン微粉末、特開平7-196815号公報および9-20631号公報記載の架橋型球状ポリシロキサングム表面をポリメチルシルセスキオキサン粒子で被覆してなる微粉末、疎水化シリカが挙げられる。

15 界面活性剤金属塩粉体（金属石鹸）の具体例としては、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸アルミニウム、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸マグネシウム、ミリスチン酸亜鉛、ミリスチン酸マグネシウム、セチルリン酸亜鉛、セチルリン酸カルシウム、セチルリン酸亜鉛ナトリウム等が挙げられる。

20 (F) 成分として添加する着色剤には顔料や染料がある。有色顔料の具体例としては、酸化鉄、水酸化鉄、チタン酸鉄の無機赤色顔料、 $\gamma$ -酸化鉄等の無機褐色系顔料、黄酸化鉄、黄土等の無機黄色系顔料、黒酸化鉄、カーボンブラック等の無機黒色顔料、マンガンバイオレット、コバルトバイオレット等の無機紫色顔料、水酸化クロム、酸化クロム、酸化コバルト、チタン酸コバルト等の無機緑色顔料、紺青、群青等の無機青色系顔料、タール系色素をレーキ化したもの、天然色素をレーキ化したもの、及びこれらの粉体を複合化した合成樹脂粉体等が挙げられる。

パール顔料の具体例としては、酸化チタン被覆雲母、酸化チタン被覆マイカ、オキシ塩化ビスマス、酸化チタン被覆オキシ塩化ビスマス、酸化チタン被覆タルク、魚鱗箔、酸化チタン被覆着色雲母等；金属粉末顔料としては、アルミニウム

パウダー、銅パウダー、ステンレスパウダー等が挙げられる。

タール色素としては、赤色 3 号、赤色 104 号、赤色 106 号、赤色 201 号、赤色 202 号、赤色 204 号、赤色 205 号、赤色 220 号、赤色 226 号、赤色 227 号、赤色 228 号、赤色 230 号、赤色 401 号、赤色 505 号、黄色 4 号、黄色 5 号、黄色 202 号、黄色 203 号、黄色 204 号、黄色 401 号、青色 1 号、青色 2 号、青色 201 号、青色 404 号、緑色 3 号、緑色 201 号、緑色 204 号、緑色 205 号、橙色 201 号、橙色 203 号、橙色 204 号、橙色 206 号、橙色 207 号等；天然色素としては、カルミン酸、ラッカイン酸、カルサミン、ブラジリン、クロシン等から選ばれる粉体が挙げられる。

10 これらの粉体及び／又は着色剤のうち、本発明においては、少なくとも一部がジメチルポリシロキサンを架橋した構造を持つ架橋型球状ジメチルポリシロキサン微粉末、架橋型球状ポリメチルシルセスキオキサン微粉末、架橋型球状ポリシロキサンゴム表面をポリメチルシルセスキオキサン粒子で被覆してなる微粉末が好ましく、また、フッ素基を有する粉体及び／又は着色剤である物も多く用いられる。

15 さらに、これらの粉体は、本発明の効果を妨げない範囲で、粉体を複合化したものや、一般油剤、シリコーン油、フッ素化合物、界面活性剤等で処理したもの、反応性を持つオルガノハイドロジェンポリシロキサン、加水分解性アルコキシシラン基を有するオルガノポリシロキサン、加水分解性シリル基を有するアクリル  
20 ルーシリコーン系共重合体等も使用することができ、必要に応じて一種、又は二種以上用いることができる。また、これらの粉体の配合量は、化粧品全体の 0.1～99 重量%の範囲が好適である。特に、粉末固形化粧料の場合の配合量は、化粧品全体の 80～99 重量%の範囲が好適である。

本発明の化粧料に、その目的に応じて (G) 成分として添加する界面活性剤として  
25 しては、アニオン性、カチオン性、非イオン性及び両性の活性剤があるが、本発明においては特に制限されるものではなく、通常の化粧料に使用されるものであれば、いずれのものも使用することができる。

以下に具体的に例示すると、アニオン性界面活性剤としては、ステアリン酸ナトリウムやパルミチン酸トリエタノールアミン等の脂肪酸セッケン、アルキルエ

ーテルカルボン酸及びその塩、アミノ酸と脂肪酸の縮合物塩、アルカンスルホン酸塩、アルケンスルホン酸塩、脂肪酸エステル ofsulホン酸塩、脂肪酸アミドの  
スルホン酸塩、ホルマリン縮合系スルホン酸塩、アルキル硫酸エステル塩、第二  
級高級アルコール硫酸エステル塩、アルキル及びアリルエーテル硫酸エステル塩  
5、脂肪酸エステルの硫酸エステル塩、脂肪酸アルキロールアミドの硫酸エステル  
塩、ロート油等の硫酸エステル塩類、アルキルリン酸塩、エーテルリン酸塩、ア  
ルキルアリルエーテルリン酸塩、アミドリリン酸塩、N-アシルアミノ酸系活性剤  
等；カチオン性界面活性剤としては、アルキルアミン塩、ポリアミン及びアミノ  
アルコール脂肪酸誘導体等のアミン塩、アルキル四級アンモニウム塩、芳香族四  
10級アンモニウム塩、ピリジウム塩、イミダゾリウム塩等が挙げられる。

非イオン性界面活性剤としては、ソルビタン脂肪酸エステル、グリセリン脂肪  
酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、プロピレングリコール脂肪酸エス  
テル、ポリエチレングリコール脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステル、ポリオ  
キシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシプロピレンアルキルエーテル、ポリ  
15オキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル  
、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビト  
ール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレングリセリン脂肪酸エステル、ポリオキ  
シエチレンプロピレングリコール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンヒマシ油  
、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、ポリオキシエチレンフィトスタノールエー  
20テル、ポリオキシエチレンフィトステロールエーテル、ポリオキシエチレンコレ  
スタノールエーテル、ポリオキシエチレンコレステリルエーテル、ポリオキシア  
ルキレン変性オルガノポリシロキサン（特許第2137062号、特開平7-3  
30907号公報参照）、ポリオキシアルキレン・アルキル共変性オルガノポリシ  
ロキサン（特開昭61-90732号、特開平9-59386号公報参照）、特開  
252001-055307号公報に記載のシリコーン分岐状ポリオキシアルキレン  
変性オルガノポリシロキサンおよびシリコーン分岐状ポリオキシアルキレン・ア  
ルキル共変性オルガノポリシロキサン、ポリグリセリン変性オルガノポリシロキ  
サン（特公昭62-34039号、特許第2613124号、特許第28444  
53号、特開2002-179798号公報参照）、ポリグリセリン・アルキル共

変性オルガノポリシロキサン、特開 2002-179798 号公報に記載のシリコーン分岐状ポリグリセリン変性オルガノポリシロキサンおよびシリコーン分岐状ポリグリセリン・アルキル共変性オルガノポリシロキサン、アルカノールアミド、糖エーテル、糖アミド等が挙げられる。

- 5 両性界面活性剤としては、ベタイン、アミノカルボン酸塩、イミダゾリン誘導体、アミドアミン型等が挙げられる。

これらの界面活性剤の中でも、分子中にポリグリセリン鎖を有する直鎖或いは分岐状のオルガノポリシロキサン、或いはアルキル共変性オルガノポリシロキサンである界面活性剤、HLB が 2～8 である界面活性剤が好ましい。また、配合  
10 量は、化粧品全体の 0.1～20 重量%であることが好ましく、特に 0.2～10 重量%の範囲が好適である。

本発明の化粧品に、(H) 成分として適宜用いられる、親水性のない架橋型オルガノポリシロキサン重合体と液状油剤からなる組成物における親水性のない架橋型オルガノポリシロキサン重合体は、 $0.65 \text{ mm}^2/\text{秒}$  (25℃)～ $100.0$   
15  $\text{mm}^2/\text{秒}$  (25℃) の低粘度シリコーンに対し、自重以上の低粘度シリコーンを含んで膨潤する重合体や、流動パラフィン、スクワラン、イソドデカン等の炭化水素油やトリオクタノイン等のグリセライド油、エステル油に対し、自重以上の液状油を含んで膨潤する重合体が挙げられる。

この架橋型オルガノポリシロキサンは、アルキルハイドロジェンポリシロキサン  
20 ンを分子鎖末端に反応性のビニル性不飽和基を有する架橋剤と反応することによって得られる。アルキルハイドロジェンポリシロキサンとしては直鎖ないし一部分岐単位を有するメチルハイドロジェンポリシロキサン、炭素数が 6～20 のアルキル鎖がグラフトされたメチルハイドロジェンポリシロキサン、ポリオキシエチレン鎖がグラフトされたメチルハイドロジェンポリシロキサン等をあげること  
25 ができる。ケイ素原子に結合した水素原子は、分子中に平均で二つ以上必要である。架橋剤は、メチルビニルポリシロキサンや  $\alpha$ 、 $\omega$ -アルケニルジエン、グリセリントリアリルエーテル、ポリオキシアルキニル化グリセリントリアリルエーテル、トリメチロールプロパントリアリルエーテル、ポリオキシアルキニル化トリメチロールプロパントリアリルエーテルなどのように、分子中に二つ以上のビ



ニル性反応部位をもつものがあげられる。更に、この架橋型オルガノポリシロキサンは、ポリオキシアルキレン部分、ポリグリセリン部分、アルキル部分、アルケニル部分、アリール部分、及びフルオロアルキル部分からなる群から選択される少なくとも1種を架橋分子中に含有することが好ましい。具体例としては、特  
5 開平2-43263号、特開平2-214775号、特許2631772号、特開平9-136813号(KSG30)、特開2001-342255号、国際公開WO03/20828号(KSG210)、国際公開WO03/24413号(KSG40)の各公報に記載されているものが好ましい。

この架橋型オルガノポリシロキサンを用いる場合の配合量は、化粧料の総量に  
10 対して0.1~50重量%であることが好ましく、更に好ましくは1~30重量%である。これらの具体例として特公平6-55897号公報および特許第1925781号公報に記載されているシリコーン組成物、または、同特許に記載されているシリコーン重合物とシリコーン油以外の油剤からなる組成物が挙げられる。

15 本発明の化粧料に、その目的に応じて(I)成分として添加するシリコーン樹脂は、常温でゴム状ないし固体状で、かつデカメチルシクロペンタシロキサンに溶解しうるシリコーン樹脂である。ゴム状シリコーン樹脂は、一般式 $(CH_3)_3SiO\{(CH_3)_2SiO\}_t\{(CH_3)R^5SiO\}_{u'}Si(CH_3)_3$ で示される直鎖状シリコーンにおいて、 $R^5$ がメチル基、炭素数が6~20のアルキル  
20 基、炭素数が3~15のアミノ基含有アルキル基、フッ素置換アルキル基、及び4級アンモニウム塩基含有アルキル基から選択され、 $t'$ は1001~20000、 $u'$ は1~5000、 $t' + u'$ が2500~25000であるものが好ましい。

固体状のシリコーン樹脂は、トリアルキルシロキシ単位(M単位)、ジアルキル  
25 シロキシ単位(D単位)、モノアルキルシロキシ単位(T単位)、4官能性のシロキシ単位(Q単位)の任意の組み合わせからなるMQ樹脂、MDQ樹脂、MTQ樹脂、MDTQ樹脂、TD樹脂、TQ樹脂、TDQ樹脂であるシリコーン網状化合物であることが好ましい。特に好ましくは、ピロリドン部分、長鎖アルキル部分、ポリオキシアルキレン部分及びフルオロアルキル部分からなる群から選択さ

れる少なくとも1種を分子中に含有するシリコーン網状化合物である。(特開2000-234062号、特許第3218872号公報参照)

また(I)成分として添加するシリコーン樹脂としては、特許2704730号公報に記載のアクリル/シリコーングラフト又はブロック共重合体のアクリルシリコーン樹脂であることが好ましく、また特開2000-344829号公報に記載の無臭化されたアクリル/シリコーングラフト又はブロック共重合体のアクリルシリコーン樹脂であることが好ましい。また、ピロリドン部分、長鎖アルキル部分、ポリオキシアルキレン部分及びフルオロアルキル部分、カルボン酸などのアニオン部分の中から選択される少なくとも1種を分子中に含有するアクリルシリコーン樹脂を使用することもできる。かかるアクリルシリコーン樹脂は常温で半固体～固体状であることが好ましい。

ガム状シリコーン樹脂、アクリルシリコーン樹脂、シリコーン網状化合物等のシリコーン樹脂は、低粘度シリコーン油や揮発性シリコーン油、及びその他の溶剤に溶解させたものもあるが、何れも、このシリコーン樹脂を用いる場合の配合量は、化粧料の総量に対して樹脂量が0.1～20重量%であることが好ましく、更に好ましくは1～10重量%である。

更に本発明の化粧料には、本発明の効果を妨げない範囲で、通常の化粧料に使用される成分、油溶性ゲル化剤、有機変性粘土鉱物、樹脂、制汗剤、紫外線吸収剤、紫外線吸収散乱剤、保湿剤、防腐剤、抗菌剤、香料、塩類、酸化防止剤、pH調整剤、キレート剤、清涼剤、抗炎症剤、美肌用成分(美白剤、細胞賦活剤、肌荒れ改善剤、血行促進剤、皮膚収斂剤、抗脂漏剤等)、ビタミン類、アミノ酸類、核酸、ホルモン、包接化合物、毛髪用固形化剤等を添加することができる。

油溶性ゲル化剤としては、アルミニウムステアレート、マグネシウムステアレート、ジンクミリスレート等の金属セッケン、N-ラウロイル-L-グルタミン酸、 $\alpha$ 、 $\gamma$ -ジ- $n$ -ブチルアミン等のアミノ酸誘導体、デキストリンパルミチン酸エステル、デキストリンステアリン酸エステル、デキストリン2-エチルヘキサン酸パルミチン酸エステル等のデキストリン脂肪酸エステル、ショ糖パルミチン酸エステル、ショ糖ステアリン酸エステル等のショ糖脂肪酸エステル、フラクトオリゴ糖ステアリン酸エステル、フラクトオリゴ糖2-エチルヘキサン酸エ

ステル等のフラクトオリゴ糖脂肪酸エステル、モノベンジリデンソルビトール、ジベンジリデンソルビトール等のソルビトールのベンジリデン誘導体、ジメチルベンジルドデシルアンモニウムモンモリロナイトクレー、ジメチルジオクタデシルアンモニウムモンモリロナイトクレー等の有機変性粘土鉱物等から選ばれるゲル化剤が挙げられる。

制汗剤としては、アルミニウムクロロハイドレート、塩化アルミニウム、アルミニウムセスキクロロハイドレート、ジルコニルヒドロキシクロライド、アルミニウムジルコニウムヒドロキシクロライド、アルミニウムジルコニウムグリシン錯体等から選ばれる制汗剤が挙げられる。

10 紫外線吸収剤としては、パラアミノ安息香酸等の安息香酸系紫外線吸収剤、アントラニル酸メチル等のアントラニル酸系紫外線吸収剤、サリチル酸メチル等のサリチル酸系紫外線吸収剤、パラメトキシケイ皮酸オクチル等のケイ皮酸系紫外線吸収剤、2, 4-ジヒドロキシベンゾフェノン等のベンゾフェノン系紫外線吸収剤、ウロカニン酸エチル等のウロカニン酸系紫外線吸収剤、4-*t*-ブチルー  
15 4'-メトキシ-ジベンゾイルメタン等のジベンゾイルメタン系紫外線吸収剤等が挙げられ、紫外線吸収散乱剤としては、微粒子酸化チタン、微粒子鉄含有酸化チタン、微粒子酸化亜鉛、微粒子酸化セリウム及びそれらの複合体等、紫外線を吸収散乱する粉体が挙げられる。

保湿剤としては、グリセリン、ソルビトール、プロピレングリコール、ジプロ  
20 ピレングリコール、1, 3-ブチレングリコール、ペンチルグリコール、グルコース、キシリトール、マルチトール、ポリエチレングリコール、ヒアルロン酸、コンドロイチン硫酸、ピロリドンカルボン酸塩、ポリオキシエチレンメチルグルコシド、ポリオキシプロピレンメチルグルコシド等がある。

防菌防腐剤としては、パラオキシ安息香酸アルキルエステル、安息香酸、安息  
25 香酸ナトリウム、ソルビン酸、ソルビン酸カリウム、フェノキシエタノール等、抗菌剤としては、安息香酸、サリチル酸、石炭酸、ソルビン酸、パラオキシ安息香酸アルキルエステル、パラクロルメタクレゾール、ヘキサクロロフェン、塩化ベンザルコニウム、塩化クロルヘキシジン、トリクロロカルバニリド、感光素、フェノキシエタノール等がある。

塩類としては無機塩、有機酸塩、アミン塩及びアミノ酸塩が挙げられる。無機塩としては、たとえば、塩酸、硫酸、炭酸、硝酸等の無機酸のナトリウム塩、カリウム塩、マグネシウム塩、カルシウム塩、アルミニウム塩、ジルコニウム塩、亜鉛塩等；有機酸塩としては、例えば酢酸、デヒドロ酢酸、クエン酸、りんご酸、コハク酸、アスコルビン酸、ステアリン酸等の有機酸類の塩；アミン塩及びアミノ酸塩としては、例えば、トリエタノールアミン等のアミン類の塩、グルタミン酸等のアミノ酸類の塩等がある。また、その他、ヒアルロン酸、コンドロイチン硫酸等の塩、アルミニウムジルコニウムグリシン錯体等や、更には、化粧品処方の中で使用される酸－アルカリの中和塩等も使用することができる。

- 10 酸化防止剤としては、トコフェロール、ブチルヒドロキシアニソール、ジブチルヒドロキシトルエン、フィチン酸等、pH調整剤としては、乳酸、クエン酸、グリコール酸、コハク酸、酒石酸、DL-リンゴ酸、炭酸カリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸水素アンモニウム等、キレート剤としては、アラニン、エデト酸ナトリウム塩、ポリリン酸ナトリウム、メタリン酸ナトリウム、リン酸等、清涼剤としては、L-メントール、カンフル等、抗炎症剤としては、アラントイン、グリチルリチン酸及びその塩、グリチルレチン酸及びグリチルレチン酸ステアリル、トラネキサム酸、アズレン等が挙げられる。

- 20 美肌用成分としては、胎盤抽出液、アルブチン、グルタチオン、ユキノシタ抽出物等の美白剤、ロイヤルゼリー、感光素、コレステロール誘導体、幼牛血液抽出液等の細胞賦活剤、肌荒れ改善剤、ノニル酸ワレニルアミド、ニコチン酸ベンジルエステル、ニコチン酸β-ブトキシエチルエステル、カプサイシン、ジンゲロン、カンタリスチンキ、イクタモール、カフェイン、タンニン酸、α-ボルネオール、ニコチン酸トコフェロール、イノシトールヘキサニコチネート、シクランデレート、シンナリジン、トラゾリン、アセチルコリン、ベラパミル、セファランチン、γ-オリザノール等の血行促進剤、酸化亜鉛、タンニン酸等の皮膚収斂剤、イオウ、チアントロール等の抗脂漏剤等が挙げられる。

25 ビタミン類としては、ビタミンA油、レチノール、酢酸レチノール、パルミチン酸レチノール等のビタミンA類、リボフラビン、酪酸リボフラビン、フラビンアデニンヌクレオチド等のビタミンB2類、ピリドキシン塩酸塩、ピリドキシン

ジオクタノエート、ピリドキシントリパルミテート等のビタミンB 6類、ビタミンB 1 2及びその誘導体、ビタミンB 1 5及びその誘導体等のビタミンB類、L-アスコルビン酸、L-アスコルビン酸ジパルミチン酸エステル、L-アスコルビン酸-2-硫酸ナトリウム、L-アスコルビン酸リン酸ジエステルジカリウム  
5 等のビタミンC類、エルゴカルシフェロール、コレカルシフェロール等のビタミンD類、 $\alpha$ -トコフェロール、 $\beta$ -トコフェロール、 $\gamma$ -トコフェロール、酢酸d l- $\alpha$ -トコフェロール、ニコチン酸d l- $\alpha$ -トコフェロール、コハク酸d l- $\alpha$ -トコフェロール等のビタミンE類、ビタミンH、ビタミンP、ニコチン酸、ニコチン酸ベンジル、ニコチン酸アミド等のニコチン酸類、パントテン酸カルシウム、D-パントテニルアルコール、パントテニルエチルエーテル、アセチルパントテニルエチルエーテル等のパントテン酸類、ビオチン等がある。

アミノ酸類としては、グリシン、バリン、ロイシン、イソロイシン、セリン、トレオニン、フェニルアラニン、アルギニン、リジン、アスパラギン酸、グルタミン酸、シスチン、システイン、メチオニン、トリプトファン等、核酸としては  
15 、デオキシリボ核酸等、ホルモンとしては、エストラジオール、エテニルエストラジオール等が挙げられる。

毛髪固定用高分子化合物としては、両性、アニオン性、カチオン性、非イオン性の各高分子化合物が挙げられ、ポリビニルピロリドン、ビニルピロリドン/酢酸ビニル共重合体等の、ポリビニルピロリドン系高分子化合物、メチルビニルエーテル/無水マレイン酸アルキルハーフエステル共重合体等の酸性ビニルエーテル系高分子化合物、酢酸ビニル/クロトン酸共重合体等の酸性ポリ酢酸ビニル系高分子、(メタ)アクリル酸/アルキル(メタ)アクリレート共重合体、(メタ)アクリル酸/アルキル(メタ)アクリレート/アルキルアクリルアミド共重合体等の酸性アクリル系高分子化合物、N-メタクリロイルエチル-N、N-ジメチルアンモニウム・ $\alpha$ -N-メチルカルボキシベタイン/アルキル(メタ)アクリレート共重合体、ヒドロキシプロピル(メタ)アクリレート/ブチルアミノエチルメタクリレート/アクリル酸オクチルアミド共重合体等の両性アクリル系高分子化合物が挙げられる。また、セルロースまたはその誘導体、ケラチンおよびコラーゲンまたはその誘導体等の天然由来高分子化合物も好適に用いることができ

る。

また、本発明における化粧料としては、上記化粧料成分を配合してなる、乳液、クリーム、クレンジング、パック、オイルリキッド、マッサージ料、美容液、洗淨剤、脱臭剤、ハンドクリーム、リップクリーム等のスキンケア化粧料、メークアップ下地、白粉、リキッドファンデーション、油性ファンデーション、頬紅、アイシャドウ、マスカラ、アイライナー、アイブロウ、口紅等のメークアップ化粧料、シャンプー、リンス、トリートメント、セット剤等の毛髪化粧料、制汗剤、日焼け止め乳液や日焼け止めクリームなどの紫外線防御化粧料等が挙げられる。

- 10 またこれらの化粧料の形状としては、液状、乳液状、クリーム状、固形状、ペースト状、ゲル状、粉末状、プレス状、多層状、ムース状、スプレー状、スティック状等、種々の形態を選択することができる。

(実施例)

- 15 以下に、本発明を実施例によって更に説明するが、本発明は、これらによって何ら限定されるものではない。なお、下記一般式において  $\text{Me}_3\text{SiO}_{1/2}$  基をM、 $\text{Me}_2\text{SiO}$  基をDと表記し、 $\text{MeSiO}_{3/2}$  をTと表記した。M、DおよびT中のメチル基をいずれかの置換基によって変性した単位を $\text{M}^{\text{R}}$ 、 $\text{D}^{\text{R}}$ および $\text{T}^{\text{R}}$ と表記する。又、特に断らない限り、以下に記載する「%」は「重量%」を意味する。

- 20 ポリグリセリンモノアリルエーテル (G 1 と略記する) は、グリセリンモノアリルエーテル 1 モルとグリシドール 2 モルとをアルカリ触媒存在下で縮合させることによって調製した。得られた G 1 は、粘度が  $3,000 \text{ mm}^2/\text{s}$  の液状物であり、水酸化物価は  $790 \text{ KOH mg/g}$ 、不飽和度は  $3.27 \text{ meq/g}$  であった。

- 25 ポリグリセリンジアリルエーテル (G 2 と略記する) は、グリセリン 1 モルとアリルグリシジルエーテル 2 モルとをアルカリ触媒存在下で縮合させることによって調製した。得られた G 2 は、粘度が  $330 \text{ mm}^2/\text{s}$  の液状物であり、水酸化物価は  $509 \text{ KOH mg/g}$ 、不飽和度は  $6.20 \text{ meq/g}$  であった。

実施例 1.

反応器中に、a 2 成分として平均組成式  $\text{M}_2\text{D}_{40}\text{T}_2$  で表されるオルガノハイド

ロジェンポリシロキサン 200.0 g、b 1 成分としてポリグリセリンジアリルエーテル (G 2) 23.0 g、25℃における粘度が  $6 \text{ mm}^2/\text{s}$  であるジメチルポリシロキサン 148.7 g、イソプロピルアルコール 74.3 g 及び塩化白金酸 3 重量%のエタノール溶液 0.1 g を仕込み、内温を 70～80℃に維持して

5 2 時間攪拌する事によりオルガノポリシロキサン重合物を得た。

さらに、1%クエン酸水溶液 43.5 g を加え混合しながら内温を 70～80℃に維持し、3 時間加熱処理を行った。内温が 50℃以下になるまで冷却し、5%炭酸水素ナトリウム水溶液 7.0 g を添加し、内温を 40～50℃に維持して 1 時間攪拌した。攪拌終了後、酸化防止剤として d- $\delta$ -トコフェロール 0.1

10 1 g を添加し、減圧下で内温を 100℃に加熱し、揮発成分を除去することによって酸処理したオルガノポリシロキサン重合物を得た。

次いで、このオルガノポリシロキサン重合物を三本ロールミルにより混練したのち、25℃における粘度が  $6 \text{ mm}^2/\text{s}$  であるジメチルポリシロキサンを加えて 2 倍に希釈し、架橋物 30%を含有するペースト状組成物を得た。このペースト

15 状物は混和稠度が 380 で屈折率が 1.402 であった。

#### 実施例 2.

反応器中に、a 2 成分として平均組成式  $\text{M}_2\text{D}_{40}\text{D}^{\text{Cl}2}_{10}\text{D}^{\text{H}}_3$  で表されるラウリル基を導入したオルガノハイドロジェンポリシロキサン 200.0 g、b 1 成分としてポリグリセリンジアリルエーテル (G 2) 18.3 g、流動パラフィン 24.

20 3 g、イソプロピルアルコール 48.5 g 及び塩化白金酸 3 重量%のエタノール溶液 0.1 g を仕込み、内温を 70～80℃に維持して 2 時間攪拌する事により、オルガノポリシロキサン重合物を得た。

さらに、1%クエン酸水溶液 43.7 g および流動パラフィン 121.2 g を加え、混合しながら内温を 70～80℃に維持し、3 時間加熱処理を行った。内

25 温が 50℃以下になるまで冷却し、5%炭酸水素ナトリウム水溶液 7.0 g を添加し、内温を 40～50℃に維持して 1 時間攪拌した。攪拌終了後、酸化防止剤として d- $\delta$ -トコフェロール 0.11 g を添加し、減圧下で内温を 100℃に加熱し、揮発成分を除去することによって酸処理したオルガノポリシロキサン重合物を得た。

次いで、このオルガノポリシロキサン重合物を三本ロールミルにより混練したのち、流動パラフィンを加えて2倍に希釈し、架橋物30%を含有するペースト状組成物を得た。このペースト状物は混和稠度が390で屈折率が1.450であった。

#### 5 実施例3.

反応器中に、a 2成分として平均組成式 $M_2D_{40}D^{Cl_{12}}_{10}D^H_3$ で表されるラウリル基を導入したオルガノハイドロジェンポリシロキサン200.0g、b 1成分としてポリグリセリンジアリルエーテル(G2)18.3g、トリオクタン酸グリセリル327.5g、イソプロピルアルコール109g及び塩化白金酸3重量%のエタノール溶液0.1gを仕込み、内温を70~80℃に維持して2時間攪拌する事により、オルガノポリシロキサン重合物を得た。

さらに、1%クエン酸水溶液43.7gを加え、混合しながら内温を70~80℃に維持し、3時間加熱処理を行った。内温が50℃以下になるまで冷却し、5%炭酸水素ナトリウム水溶液7.0gを添加し、内温を40~50℃に維持して1時間攪拌した。終了後、酸化防止剤としてd-δ-トコフェロール0.11gを添加し、減圧下で内温を100℃に加熱し、揮発成分を除去することによって酸処理したオルガノポリシロキサン重合物を得た。

次いで、このオルガノポリシロキサン重合物を三本ロールミルにより混練したのち、トリオクタン酸グリセリルを加えて3倍に希釈し、架橋物20%を含有するペースト状組成物を得た。このペースト状物は混和稠度が400で屈折率が1.442であった。

#### 実施例4.

反応器中に、平均組成式 $M_2D_{24}D^H_4$ で表されるオルガノハイドロジェンポリシロキサン200.0g、ポリグリセリンモノアリルエーテル(G1)56.2g、イソプロピルアルコール77g及び塩化白金酸3重量%のエタノール溶液0.05gを仕込み、内温を70~80℃に維持して2時間攪拌する事により、ポリグリセリン変性シリコーン $M_2D_{24}D^{Gly_2}_2D^H_2$ (G1yはポリグリセリンモノアリルエーテル残基)を得た。

次に、a 1成分として得られたポリグリセリン変性シリコーン $M_2D_{24}D^{Gly_2}_2D^H_2$



200 g と共に、b 2 成分として両末端にビニル基を有するシリコーン  $M^{Vi}_2D_{10}$  65.3 g、25℃における粘度が  $6 \text{ mm}^2/\text{s}$  であるジメチルポリシロキサン 177 g、イソプロピルアルコール 133 g 及び塩化白金酸 3 重量%のエタノール溶液 0.1 g を仕込み、内温を 70～80℃に維持して 2 時間攪拌する事により、オルガノポリシロキサン重合物を得た。

さらに、1%クエン酸水溶液 53.0 g を加え混合しながら内温を 70～80℃に維持し、3 時間加熱処理を行った。内温が 50℃以下になるまで冷却し、5%炭酸水素ナトリウム水溶液 8.5 g を添加し、内温を 40～50℃に維持して 1 時間攪拌した。攪拌終了後、酸化防止剤として d- $\delta$ -トコフェロール 0.13 g を添加し、減圧下で内温を 100℃に加熱し、揮発成分を除去することによって酸処理したオルガノポリシロキサン重合物を得た。

次いで、このオルガノポリシロキサン重合物を三本ロールミルにより混練したのち、25℃における粘度が  $6 \text{ mm}^2/\text{s}$  であるジメチルポリシロキサンを加えて 2 倍に希釈し、架橋物 30%を含有するペースト状組成物を得た。このペースト状物は混和稠度が 395 で屈折率が 1.403 であった。

#### 実施例 5.

反応器中に、平均組成式  $M_5T_3D_{53}D_3^H$  で表されるオルガノハイドロジェンポリシロキサン 200.0 g、ポリグリセリンモノアリルエーテル (G1) 19.5 g、イソプロピルアルコール 66 g 及び塩化白金酸 3 重量%のエタノール溶液 0.05 g を仕込み、内温を 70～80℃に維持して 2 時間攪拌する事により、T 単位を含有する枝分かれポリグリセリン変性シリコーン  $M_5T_3D_{53}D^{G1y}D_2^H$  (G1y は、ポリグリセリンモノアリルエーテル残基を表す) を得た。

次に、a 1 成分として得られたポリグリセリン変性シリコーン  $M_5T_3D_{53}D^{G1y}D_2^H$  200 g と共に、b 3 成分として 1,5-ヘキサジエン 2.5 g、25℃における粘度が  $6 \text{ mm}^2/\text{s}$  であるジメチルポリシロキサン 135 g、イソプロピルアルコール 100 g 及び塩化白金酸 3 重量%のエタノール溶液 0.1 g を仕込み、内温を 70～80℃に維持して 2 時間攪拌する事により、オルガノポリシロキサン重合物を得た。

さらに、1%クエン酸水溶液 40.0 g を加え混合しながら内温を 70～80℃

℃に維持し、3時間加熱処理を行った。内温が50℃以下になるまで冷却し、5%炭酸水素ナトリウム水溶液6.4gを添加し、内温を40～50℃に維持して1時間攪拌した。攪拌終了後、酸化防止剤としてd-δ-トコフェロール0.10gを添加し、減圧下で内温を100℃に加熱し、揮発成分を除去することによって酸処理したオルガノポリシロキサン重合物を得た。

次いで、このオルガノポリシロキサン重合物を三本ロールミルにより混練したのち、25℃における粘度が6mm<sup>2</sup>/sであるジメチルポリシロキサンを加えて2倍に希釈し、架橋物30%を含有するペースト状組成物を得た。このペースト状物は混和稠度が410で屈折率が1.403であった。

## 10 実施例6

### W/O型乳液

(成分)	重量 (%)
1. 実施例1のペースト状組成物	10.0
2. ジメチルポリシロキサン (6mm <sup>2</sup> /秒(25℃))	12.0
15 3. デカメチルシクロペンタシロキサン	10.0
4. トリオクタン酸グリセリル	5.0
5. 1, 3-ブチレングリコール	5.0
6. 防腐剤	適量
7. 香料	適量
20 8. 精製水	58.0

### (製造方法)

A：成分1～5を均一に混合した。

B：成分6～8を混合した後、Aに加えて乳化した。

以上のようにして得られた乳液は、べたつきがなく、のび広がりも軽く、しかも、密着感に優れ、おさまりも良く、つやのある仕上がりが見られるW/O型乳液であることが確認された。

## 実施例7.

### W/O型クリーム

(成分)	重量 (%)
------	--------

	1. 実施例 2 のペースト状組成物	6. 0
	2. 流動パラフィン	13. 5
	3. マカデミアナッツ油	4. 0
	4. アルキル・ポリエーテル共変性シリコーン (注 1)	1. 5
5	5. クエン酸ナトリウム	0. 2
	6. プロピレングリコール	8. 0
	7. グリセリン	3. 0
	8. 防腐剤	適 量
	9. 香料	適 量
10	10. 精製水	60. 8

(注 1) 信越化学工業 (株) 製 : KF-6026 (商品名)  
(製造方法)

A : 成分 1 ~ 4 を混合した。

B : 成分 5 ~ 10 を混合溶解し、A に加えて攪拌乳化した。

- 15 以上のようにして得られたクリームは、油っぽさ、べたつきがなく、のび広がりも軽くさっぱりとした、しかも、密着感に優れ、おさまりも良く、つやのある仕上がりが見られる W/O 型クリームであることが確認された。

実施例 8.

#### W/O 型クリーム

20	(成分)	重量 (%)
	1. 実施例 3 のペースト状組成物	7. 0
	2. 流動パラフィン	13. 5
	3. マカデミアナッツ油	5. 0
	4. アルキル・ポリエーテル共変性シリコーン (注 1)	0. 5
25	5. ハイブリッドシリコーン複合粉体 (注 2)	3. 0
	6. クエン酸ナトリウム	0. 2
	7. プロピレングリコール	8. 0
	8. グリセリン	3. 0
	9. 防腐剤	適 量

10. 香料

適 量

11. 精製水

59.8

(注1) 信越化学工業(株)製:KF-6026(商品名)

(注2) 信越化学工業(株)製:KSP-100(商品名)

5 (製造方法)

A:成分1~5を混合した。

B:成分6~11を混合溶解し、Aに加えて攪拌乳化した。

以上のようにして得られたクリームは、油っぽさ、べたつきがなく、のび広がりも軽くさっぱりとした、しかも、密着感に優れ、おさまりも良く、マットな仕

10 上がりが見られるW/O型クリームであることが確認された。

実施例9.

W/O型クリーム

(成分)

重量 (%)

1. 実施例1のペースト状組成物

7.0

15 2. ジメチルポリシロキサン(6mm<sup>2</sup>/秒(25℃))

10.0

3. ポリエーテル変性シリコーン(注1)

0.5

4. ジプロピレングリコール

10.0

5. クエン酸ナトリウム

0.2

6. エタノール

5.0

20 7. 防腐剤

適 量

8. 香料

適 量

9. 精製水

67.8

(注1) 信越化学工業(株)製:KF-6017(商品名)

(製造方法)

25 A:成分1~3を混合した。

B:成分4~10を混合溶解し、Aに加えて攪拌乳化した。

以上のようにして得られたクリームは、油っぽさ、べたつきがなく、のび広がりも軽く、みずみずしいさっぱりとした使用性を持ち、しかも、密着感に優れ、おさまりも良く、マット感のある仕上がりが見られるW/O型クリームであるこ

とが確認された。

実施例 10.

W/O型クリーム

(成分)		重量 (%)
5	1. 実施例 2 のペースト状組成物	3. 0
	2. 架橋型アルキル・ジメチルポリシロキサン (注 1)	2. 0
	3. アルキル・ポリグリセリン共変性シリコーン (注 2)	0. 5
	4. スクアラン	14. 5
	5. マカデミアナッツ油	3. 0
10	6. ハイブリッドシリコーン複合粉体 (注 3)	2. 0
	7. クエン酸ナトリウム	0. 2
	8. 塩化ナトリウム	0. 5
	9. ジプロピレングリコール	8. 0
	10. グリセリン	4. 0
15	11. 防腐剤	適 量
	12. 香料	適 量
	13. 精製水	62. 3

(注 1) 信越化学工業 (株) 製 : K S G - 4 4 (商品名)

(注 2) 信越化学工業 (株) 製 : K F - 6 1 0 5 (商品名)

20 (注 3) 信越化学工業 (株) 製 : K S P - 1 0 0 (商品名)

(製造方法)

A : 成分 1 ~ 6 を混合した。

B : 成分 7 ~ 13 を混合溶解した。

C : B を A に加えて攪拌乳化した。

25 以上のようにして得られたクリームは、油っぽさ、べたつきがなく、のび広がりも軽くさっぱりとした、しかも、密着感に優れ、おさまりも良く、マットでしっとりした仕上がりが見られる、W/O型クリームであることが確認された。

実施例 11、12 および比較例 1, 2

W/O型クリーム

次の表 1 に示す各組成の W/O クリームを製造し、その使用性について評価した。

表 1

成分		実施例 11	実施例 12	比較例 1	比較例 2
1	実施例 1 のペースト状組成物	7	5	—	—
2	ポリグリセリン変性シリコーン (注 1)	—	0.5	—	—
3	架橋型ポリエーテル変性シリコーン (注 2)	—	—	7	5
4	ポリエーテル変性シリコーン (注 3)	—	—	—	0.5
5	ジメチルポリシロキサン ( $6 \text{ mm}^2/\text{秒}$ ( $25^\circ\text{C}$ ))	18	11.5	18	11.5
6	ジプロピレングリコール	10	10	10	10
7	クエン酸ナトリウム	0.2	0.2	0.2	0.2
8	塩化ナトリウム	0.5	0.5	0.5	0.5
9	エタノール	—	5	—	5
10	防腐剤	適量	適量	適量	適量
11	香料	適量	適量	適量	適量
12	精製水	64.3	67.3	64.3	67.3

(注 1) 信越化学工業 (株) 製 : KF-6104

5 (注 2) 信越化学工業 (株) 製 : KSG-210

(注 3) 信越化学工業 (株) 製 : KF-6028

(製造方法)

A : 成分 1 ~ 5 を混合した。

B : 成分 6 ~ 12 を混合した。

10 C : B を A に添加した。

(評価)

女性 50 名のパネルにより使用テストを行ない、使用中の肌へののび、さっぱり感、使用後のべたつきのなさ、しっとり感、しっとり感の持続性の良さについて以下の評価基準で評価を行ない、その平均点で判定した。それらの結果を表 2

15 に示す。

[評価基準]

5 点 : 非常に良好

4 点 : 良好

3点：普通

2点：やや不良

1点：不良

[判定]

- 5 ◎：平均点 4.5 以上  
 ○：平均点 3.5 以上 4.5 未満  
 △：平均点 2.5 以上 3.5 未満  
 ×：平均点 2.5 未満

表 2

評価項目	実施例 11	実施例 12	比較例 1	比較例 2
使用中の肌へののびの良さ	◎	◎	◎	◎
さっぱり感	◎	◎	◎	◎
使用直後のべたつきのなさ	◎	◎	◎	◎
使用直後のしっとり感	◎	◎	△	△
しっとり感の持続性	◎	◎	△	△

- 10 表 2 の結果から明らかなように、本発明の架橋型ポリグリセリン変性オルガノポリシロキサン重合物を配合した実施例 11、12 の W/O クリームは、比較例 1、2 の W/O クリームに比べ、使用直後のしっとり感に優れ、さらにそのしっとり感が持続することがわかった。これは、グリセリン基による水の保持能が高いことに起因するものと考えられ、本発明の架橋型ポリグリセリン変性オルガノ
- 15 ポリシロキサン重合物およびあるいはポリグリセリン変性シリコーンとの混合物が耐乾燥性に優れた保水性の高い化粧料を提供することができることを示すものである。

実施例 13.

W/O 型乳液

- |                             |        |
|-----------------------------|--------|
| 20 (成分)                     | 重量 (%) |
| 1. 実施例 1 のペースト状組成物          | 0.5    |
| 2. ポリグリセリン変性シリコーン (注 1)     | 1.5    |
| 3. デキストリン脂肪酸エステル (注 2)      | 0.2    |
| 4. フラクトオリゴ糖ステアリン酸エステル (注 3) | 1.8    |

5.	ジメチルポリシロキサン (6 mm <sup>2</sup> /秒 (25 °C))	6. 0
6.	デカメチルシクロペンタポリシロキサン	22. 0
7.	1, 3-ブチレングリコール	7. 0
8.	クエン酸ナトリウム	0. 2
5 9.	エタノール	5. 0
10.	防腐剤	適 量
11.	香料	適 量
12.	精製水	55. 8

(注1) 信越化学工業 (株) 製: KF-6104 (商品名)

10 (注2) 千葉製粉 (株) 製: レオパールTT (商品名)

(注3) 千葉製粉 (株) 製: レオパールISK (商品名)

(製造方法)

A: 成分1~6を混合加熱した。

B: 成分7~12を加熱混合溶解し、Aに加えて攪拌乳化した。

15 以上のようにして得られた乳液は、油っぽさ、べたつきがなく、のび広がりも軽く、みずみずしいさっぱりとした使用性を持ち、しかも、密着感に優れ、おさまりも良く、しっとり感の得られる安定性に優れたW/O型乳液であることが確認された。

実施例14

20 O/W型クリーム

(成分)	重量 (%)
1. 実施例3のペースト状組成物	8. 0
2. 架橋型メチルフェニルポリシロキサン (注1)	2. 0
3. イソノナン酸イソトリデシル	5. 0
25 4. ジプロピレングリコール	7. 0
5. グリセリン	5. 0
6. メチルセルロース (2%水溶液) (注2)	7. 0
7. ポリアクリルアミド系乳化剤 (注3)	2. 0
8. グアニン	1. 0



9. 防腐剤	適 量
10. 香料	適 量
11. 精製水	63.0

(注1) 信越化学工業(株) 製: KSG-18

5 (注2) 信越化学工業(株) 製: メトローズSM-4000

(注3) SEPIC製: セピゲル305

(製造方法)

A: 成分4~11を混合した。

B: 成分1~3を混合溶解し、Aを加えて攪拌乳化した。

- 10 以上のようにして得られたクリームは、キメが細かく、のび広がり軽く、べたつきや油っぽさがない上しっとりとしてみずみずしく、さっぱりとした使用感を与えると共に化粧持ちも非常に良く、温度変化や経時による変化がなく安定性に優れているO/W型クリームであることが確認された。

実施例15.

#### 15 O/W型クリーム

(成分)	重量 (%)
------	--------

1. 実施例1のペースト状組成物	2.0
2. 架橋型ジメチルポリシロキサン(注1)	28.0
3. デカメチルシクロペンタシロキサン	10.0
20 4. ジメチルポリシロキサン(6mm <sup>2</sup> /秒(25℃))	5.0
5. ポリグリセリン変性シリコーン(注2)	0.7
6. 1,3-ブチピレングリコール	3.0
7. ポリアクリルアミド系混合物(注3)	0.8
8. ポリオオキシエチレン硬化ヒマシ油	0.5
25 9. 水溶性高分子(5%水溶液)(注4)	10.0
10. 塩化ナトリウム	0.1
11. 防腐剤	適 量
12. 香料	適 量
13. 精製水	39.9

(注1) 信越化学工業(株)製: KSG-16 (商品名)

(注2) 信越化学工業(株)製: KF-6100 (商品名)

(注3) SEPIC製: セピゲル305 (商品名)

(注4) クライアント製: アリストフレックスAVC (商品名)

5 (製造方法)

A: 成分1~4を混合した。

B: 成分5~13を混合溶解した。

C: AをBに加えて攪拌乳化した。

10 以上のようにして得られたクリームは、キメが細かく、のび広がり軽く、べたつきや油っぽさがない上しっとりとしてみずみずしく、さっぱりとした使用感を与えると共に化粧持ちも非常に良く、温度変化や経時による変化がなく安定性に優れているO/W型クリームであることが確認された。

実施例16

O/W型クリーム

15	(成分)	重量 (%)
	1. 実施例1のペースト状組成物	2.0
	2. 架橋型ジメチルポリシロキサン(注1)	15.0
	3. デカメチルシクロペンタシロキサン	10.0
	4. ジメチルポリシロキサン(6mm <sup>2</sup> /秒(25℃))	18.0
20	5. ポリエーテル変性シリコーン(注2)	0.7
	6. プロピレングリコール	3.0
	7. ポリアクリルアミド系混合物(注3)	0.8
	8. キサンタンガム(2%水溶液)	8.0
	9. 防腐剤	適量
25	10. 香料	適量
	11. 精製水	42.5

(注1) 信越化学工業(株)製: KSG-16 (商品名)

(注2) 信越化学工業(株)製: KF-6011 (商品名)

(注3) SEPIC製: セピゲル305 (商品名)

## (製造方法)

A：成分1～4を混合した。

B：成分5～11を混合溶解した。

C：AをBに加えて攪拌乳化した。

- 5 以上のようにして得られたクリームは、キメが細かく、のび広がり軽く、べたつきや油っぽさがない上しっとりとしてみずみずしく、さっぱりとした使用感を与えると共に化粧持ちも非常に良く、温度変化や経時による変化がなく安定性に優れているO/W型クリームであることが確認された。

## 実施例17

10 W/O型メイクアップ下地

(成分)		重量 (%)
1.	実施例4のペースト状組成物	5.0
2.	架橋型ジメチルポリシロキサン (注1)	1.0
3.	ポリエーテル変性シリコーン (注2)	0.5
15 4.	ジメチルポリシロキサン ( $6\text{ mm}^2/\text{秒}$ ( $25^\circ\text{C}$ ))	6.0
5.	ジメチルポリシロキサン ( $20\text{ mm}^2/\text{秒}$ ( $25^\circ\text{C}$ ))	2.0
6.	デカメチルシクロペンタシロキサン	3.0
7.	酸化チタン/シクロペンタシロキサン分散物 (注3)	10.0
8.	ジプロピレングリコール	5.0
20 9.	クエン酸ナトリウム	0.2
10.	メチルセルロース (2%水溶液) (注4)	2.5
11.	エタノール	3.0
12.	防腐剤	適量
13.	香料	適量
25 14.	精製水	62.8

(注1) 信越化学工業 (株) 製：KSG-15 (商品名)

(注2) 信越化学工業 (株) 製：KF-6017 (商品名)

(注3) 信越化学工業 (株) 製：SPD-T1S (商品名)

(注4) 信越化学工業 (株) 製：メトローズ65-SH4000 (商品名)

## (製造方法)

A：成分 1～7 を混合した。

B：成分 8～15 を混合溶解し、Aに加えて攪拌乳化した。

- 5 以上のようにして得られたメイクアップ下地は、油っぽさ、べたつきがなく、のび広がりも軽く、みずみずしいさっぱりとした使用性を持ち、しかも、密着感に優れ、おさまりも良く、マット感のある仕上がりが得られ、さらに紫外線カット効果のある化粧持ちの良い優れたW/O型メイクアップ下地であることが確認された。

実施例 18.

10 口紅

(成分)	重量 (%)
1. ポリエチレンワックス	12.0
2. マイクロクリスタリンワックス	4.0
3. ポリブテン	5.0
15 4. アクリレート/ジメチルシリコーン共重合体 (注1)	12.0
5. 実施例 3 のペースト状組成物	7.0
6. オクタン酸セチル	20.0
7. ショ糖脂肪酸エステル	3.0
8. トリイソステアリン酸グリセリル	37.0
20 9. 顔料	適量
10. 防腐剤	適量
11. 香料	適量

(注1) 信越化学工業(株)製：KP-561

## (製造方法)

- 25 A：成分 1～7 及び 8 の一部、10 を加熱混合、溶解した。

B：成分 9 及び 8 の残部を均一混合した。

C：成分 11 と B を A に加えて均一にした。

以上のようにして得られた口紅は、のびが軽くて油っぽさや粉っぽさがない上、さっぱりとした使用感を与えると共に、耐水性や撥水性が良好で持ちも良く、

安定性にも優れているものであった。

実施例 19.

# 口紅

	(成分)	重量 (%)
5	1. キャンデリラワックス	4. 0
	2. ポリエチレンワックス	2. 0
	2. マイクロクリスタリンワックス	3. 0
	3. セレシン	7. 0
	4. アクリレート/ジメチルシリコーン共重合体 (注 1)	15. 0
10	5. 実施例 3 のペースト状組成物	0. 5
	6. ポリグリセリン変性シリコーン (注 2)	2. 0
	7. 水添ポリイソブテン	15. 0
	8. マレイン酸ジイソステアレート	12. 0
	9. マカデミアンナッツ油	30. 0
15	10. イソノナン酸イソトリデシル	10. 0
	11. トリイソステアリン酸グリセリル	4. 0
	12. 顔料	適 量
	13. 防腐剤	適 量
	14. 香料	適 量

20 (注 1) 信越化学工業 (株) 製: KP-561P

(注 2) 信越化学工業 (株) 製: KF-6105 (商品名)

(製造方法)

A: 成分 1 ~ 10、13 を加熱混合、溶解した。

B: 成分 11 及び 12 を均一混合した。

25 C: 成分 14 と B を A に加えて均一に溶解し、成形した。

以上のようにして得られた口紅は、のびが軽くて油っぽさや粉っぽさがない上、しっとりした使用感を与えると共に、耐水性や撥水性が良好で持ちも良く、安定性にも優れているものであることが確認された。

実施例 20.

パウダーファンデーション

(成分)		重量 (%)
	1. ワセリン	2. 5
	2. スクアラン	3. 0
5	3. 実施例 2 のペースト状組成物	0. 5
	4. トリオクタン酸グリセリル	2. 0
	5. シリコーン処理マイカ	4 0. 0
	6. シリコーン処理タルク	残 量
	7. シリコーン処理酸化チタン	1 0. 0
10	8. シリコーン処理微粒子酸化チタン	5. 0
	9. シリコーン処理硫酸バリウム	1 0. 0
	1 0. 顔料	適 量
	1 1. フッ素変性ハイブリッドシリコーン複合粉体 (注 1)	2. 0
	1 2. シリコーン粉体 (注 2)	2. 5
15	1 3. 防腐剤	適 量
	1 4. 香料	適 量

(注 1) 信越化学工業 (株) 製 : K S P - 2 0 0 (商品名)

(注 2) 信越化学工業 (株) 製 : K M P - 5 9 0 (商品名)

(製造方法)

20 A : 成分 4 ~ 1 3 を混合、均一にした。

B : 成分 1 ~ 3 を均一に混合し、A に加えて均一にした。

C : B に成分 1 4 を添加し、金型にプレス成型してパウダーファンデーションを得た。

25 以上のようにして得られたパウダーファンデーションは、べたつきがなく、のび広がりも軽く、しかも、密着感に優れ、おさまりも良く、つやのある仕上がりが得られるパウダーファンデーションであることが確認された。

実施例 2 1 .

クリームファンデーション

(成分)

重量 (%)

	1. 実施例3のペースト状組成物	5. 5
	2. トリオクタン酸グリセリル	4. 0
	3. ジメチルポリシロキサン (6 mm <sup>2</sup> /秒 (25℃))	5. 0
	4. デカメチルシクロペンタシロキサン	6. 0
5	5. フッ素変性ハイブリッドシリコーン複合粉体 (注1)	2. 5
	6. 顔料	8. 0
	7. アクリルシリコーン樹脂 (注2)	5. 0
	8. ジプロピレングリコール	5. 0
	9. クエン酸ナトリウム	0. 2
10	10. 防腐剤	適 量
	11. 香料	適 量
	12. 精製水	59. 3

(注1) 信越化学工業(株) 製: KSP-200 (商品名)

(注2) 信越化学工業(株) 製: KP-545 (商品名)

#### 15 (製造方法)

A: 成分1~5を混合した。

B: 成分8~12を混合溶解し、Aに加えて攪拌乳化した。

C: 成分6~7を混合し、Bに加えて均一にした。

20 以上のようにして得られたクリームファンデーションは、べたつきがなく、のび広がりも軽く、しかも、密着感に優れ、おさまりも良く、マット感のある仕上がりが見られるクリームファンデーションであることが確認された。

実施例22.

#### W/O型コンパクトファンデーション

	(成分)	重量 (%)
25	1. セレシン	5. 5
	2. マイクロクリスタリンワックス	1. 0
	3. 流動パラフィン	3. 0
	4. 実施例3のペースト状組成物	9. 0
	5. ジカプリン酸ポリプロピレングリコール	3. 0

	6. アルキル・ポリエーテル共変性シリコーン (注1)	1. 0
	7. ジメチルポリシロキサン ( $6 \text{ mm}^2/\text{秒}$ ( $25^\circ\text{C}$ ))	15. 5
	8. オイル処理酸化チタン	10. 0
	9. 顔料	適 量
5	10. レシチン	0. 3
	11. モノオレイン酸ポリオキシエチレンソルビタン	0. 5
	12. ジプロピレングリコール	8. 0
	13. クエン酸ナトリウム	0. 2
	14. 精製水	残 量

10 (注1) 信越化学工業 (株) 製: KF-6026 (商品名)

(製造方法)

A: 成分1~7を加熱混合した。

B: 成分8~12を混合均一にした。

C: 成分13~14を混合し、Bを加えて均一にし、加温した。

15 D: CをAに加えて乳化した。

以上のようにして得られたコンパクトファンデーションは、油剤が多いにもかかわらず油っぽさ、べたつきがなく、のび広がりも軽く、さっぱりとした使用性を持ち、しかも、密着感に優れ、おさまりも良く化粧もちに優れたW/O型コンパクトファンデーションであることが確認された。

20 実施例23

リキッドファンデーション

(成分)

重量 (%)

	1. 実施例1のペースト状組成物	3. 5
	2. 架橋型ジメチルポリシロキサン (注1)	5. 0
25	3. ポリエーテル変性シリコーン (注2)	1. 0
	4. 有機変性粘土鉱物 (注3)	1. 2
	5. トリオクタン酸グリセリル	5. 0
	6. ジメチルポリシロキサン ( $6 \text{ mm}^2/\text{秒}$ ( $25^\circ\text{C}$ ))	6. 5
	7. デカメチルシクロペンタシロキサン	21. 6



	8. オルガノポリシロキサン (注4) 処理顔料	10.0
	9. アクリルシリコン樹脂 (注5)	1.5
	10. ジプロピレングリコール	5.0
	11. クエン酸ナトリウム	0.2
5	12. 防腐剤	適量
	13. 香料	適量
	14. 精製水	59.3
	(注1) 信越化学工業 (株) 製: KSG-15 (商品名)	
	(注2) 信越化学工業 (株) 製: KF-6028 (商品名)	
10	(注3) NLインダストリー製: ベントン38 (商品名)	
	(注4) 信越化学工業 (株) 製: KF-9909 (商品名)	
	(注5) 信越化学工業 (株) 製: KP-575 (商品名)	
	(製造方法)	

A: 成分1~5、6の一部、7の一部を混合した。

15 B: 成分6の残部、7の残部、8及び9を均一混合した。

C: 成分10~14を混合溶解した。

D: CをAに加えて攪拌乳化した。

E: BをDに加えて均一にした。

20 以上のようにして得られたリキッドファンデーションは、べたつきがなく、のび  
広がりも軽く、しかも、密着感に優れ、おさまりも良く、マット感のある仕上がり  
が得られ、安定性も非常に優れたリキッドファンデーションであることが確認  
された。

実施例24.

アイシャドウ

25	(成分)	重量 (%)
	1. セリサイト	40.0
	2. マイカ	10.0
	3. タルク	残量
	4. 酸化チタン	10.0

	5. 微粒子酸化チタン	5. 0
	6. ステアリン酸マグネシウム	3. 0
	7. 顔料	適 量
	8. オクチルドデカノール	3. 0
5	9. ジメチルポリシロキサン ( $6 \text{ mm}^2/\text{秒}$ ( $25^\circ\text{C}$ ))	4. 0
	10. 実施例1のペースト状組成物	6. 0
	11. 防腐剤	適 量
	12. 香料	適 量
	(製造方法)	

10 A: 成分8～11を加熱混合した。

B: 成分1～7を混合した後、Aを加えて均一に混合した。

以上のようにして得られたアイシャドウは、べたつきがなく、のび広がりも軽く、しかも、密着感に優れ、おさまりも良く、つやのある仕上がりが得られる化粧持ちの良いアイシャドウであることが確認された。

15 実施例25

#### クリームアイシャドウ

	(成分)	重量 (%)
	1. アクリレート/ジメチルシリコーン共重合体 (注1)	10. 0
	2. アクリレート/ジメチルシリコーン共重合体 (注2)	2. 0
20	3. 実施例1のペースト状組成物	0. 3
	4. ポリグリセリン変性シリコーン (注3)	1. 5
	5. デカメチルシクロペンタシロキサン	20. 0
	6. 有機変性粘土鉱物 (注4)	1. 2
	7. イソオクタン酸セチル	3. 0
25	8. ナイロン	3. 0
	9. タルク	4. 0
	10. アクリルシリコーン樹脂 (注5) 処理顔料	20. 0
	11. エタノール	5. 0
	12. 精製水	30. 0

(注1) 信越化学工業(株) 製: KP-545 (商品名)

(注2) 信越化学工業(株) 製: KP-561P (商品名)

(注3) 信越化学工業(株) 製: KF-6105 (商品名)

(注4) NLインダストリー製: ベントン38 (商品名)

5 (注5) 信越化学工業(株) 製: KP-574 (商品名)

(製造方法)

A: 成分1~10を混合した。

B: 成分10~11を混合した後、Aに加えて均一に混合した。

10 以上のようにして得られたアイシャドウは、べたつきがなく、のび広がりも軽く、しかも、密着性に優れ、おさまりも良く、つやのある仕上がりが得られ、しっとりとした化粧持ちの良いクリームアイシャドウであることが確認された。

実施例26.

#### パウダーアイブロウ

(成分)		重量 (%)
15	1. ワセリン	2. 5
	2. ジメチルポリシロキサン (6 mm <sup>2</sup> /秒 (25℃))	1. 5
	3. 実施例5のペースト状組成物	0. 5
	4. トリオクタン酸グリセリル	4. 0
	5. シリコーン処理マイカ	40. 0
20	6. シリコーン処理タルク	残 量
	7. シリコーン処理酸化チタン	10. 0
	8. シリコーン処理硫酸バリウム	15. 0
	9. シリコーン処理顔料	適 量
	10. ハイブリッドシリコーン複合粉体 (注1)	1. 5
25	11. 球状ポリメチルシルセスキオキサン粉体 (注2)	2. 5
	12. 防腐剤	適 量
	13. 香料	適 量

(注1) 信越化学工業(株) 製: KSP-100 (商品名)

(注2) 信越化学工業(株) 製: KMP-590 (商品名)

## (製造方法)

A：成分 5 ～ 12 を混合、均一にした。

B：成分 1 ～ 4 を均一に混合し、Aに加えて均一にした。

C：Bに成分 13 を添加し、金型にプレス成型してパウダーアイブrouを得た。

- 5 以上のようにして得られたアイブrouは、べたつきがなく、のび広がりも軽く、しかも、密着感に優れ、おさまりも良く、つやのある仕上がりが得られる化粧持ちの良いパウダーアイブrouであることが確認された。

実施例 27.

ヘアクリーム

10	(成分)	重量 (%)
	1. 実施例 1 のペースト状組成物	2. 0
	2. ジメチルポリシロキサン (6 mm <sup>2</sup> /秒 (25 °C))	5. 0
	3. デカメチルシクロペンタシロキサン	8. 0
	4. 塩化ステアリルトリメチルアンモニウム	1. 5
15	5. グリセリン	3. 0
	6. プロピレングリコール	5. 0
	7. ヒドロキシエチルセルロース	0. 2
	8. 防腐剤	適 量
	9. 香料	適 量
20	10. 精製水	75. 3

## (製造方法)

A：成分 1 ～ 3 を混合した。

B：成分 4 ～ 8 及び 10 を均一に混合溶解した。

C：BをAに加えて乳化後、冷却して成分 9 を加えた。

- 25 以上のようにして得られたヘアクリームは、塗布時の伸び、使用後の髪の柔軟性、なめらかさ、まとまり具合、しっとり感、ツヤにおいて、きわめて優れた効果を示すもので、総合的に非常に優れたヘアクリームであることが確認された。

実施例 28.

コンディショニングムース

(成分)		重量 (%)
1.	実施例 1 のペースト状組成物	0. 5
2.	ジメチルポリシロキサン (6 mm <sup>2</sup> /秒 (25℃))	2. 0
3.	架橋型ジメチルポリシロキサン (注 1)	0. 5
5 4.	トリオクタン酸グリセリル	1. 5
5.	グリセリン	3. 0
6.	塩化ステアリルジメチルベンジルアンモニウム	0. 5
7.	ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油	0. 5
8.	エタノール	7. 0
10 9.	防腐剤	適 量
10.	香料	適 量
11.	精製水	残 量
12.	液化石油ガス	5. 0

(注 1) 信越化学工業 (株) 製 : KSG-16 (商品名)

#### 15 (製造方法)

A : 成分 1 ~ 4 を混合した。

B : 成分 5 ~ 9 及び 11 を均一に混合溶解した。

C : B を A に加えて乳化後、冷却して成分 10 を加えた。

D : C をエアゾール缶に充填し、コンディショニングムースを得た。

- 20 以上のようにして得られたコンディショニングムースは、しっとり感、柔軟性、なめらかさに優れ、油性感のない良好な感触のもので、しかも、密着感に優れ、おさまりも良く、マット感のある仕上がりが見られるコンディショニングムースであることが確認された。

#### 実施例 29

#### 25 しわ隠しクリーム

(成分)		重量 (%)
1.	実施例 1 のペースト状組成物	5. 0
2.	架橋型ジメチルポリシロキサン (注 1)	55. 0
3.	架橋型ジメチルポリシロキサン (注 2)	15. 0

- |    |                         |      |
|----|-------------------------|------|
| 4. | デカメチルシクロペンタシロキサン        | 15.0 |
| 5. | ハイブリッドシリコーン複合粉体 (注3)    | 8.0  |
| 6. | 球状ポリメチルシルセスキオキサン粉体 (注4) | 2.0  |

(注1) 信越化学工業 (株) 製: KSG-15 (商品名)

5 (注2) 信越化学工業 (株) 製: KSG-16 (商品名)

(注3) 信越化学工業 (株) 製: KSP-100 (商品名)

(注4) 信越化学工業 (株) 製: KMP-590 (商品名)

(製造方法)

A: 成分1~6を均一に混合した。

- 10 以上のようにして得られたクリームは、べたつきや油っぽさがなく、後肌が非常にしっとりして油光もなくマット感があり、安定性に優れたしわ隠しクリームであることが確認された。

実施例30.

#### ロールオンタイプ制汗剤

- |    |   |        |
|----|---|--------|
| 15 | (成分)  | 重量 (%) |
|    | 1. 実施例1のペースト状組成物  | 25.0   |
|    | 2. ジメチルポリシロキサン ( $6\text{ mm}^2/\text{秒}$ ( $25^\circ\text{C}$ )) | 10.0   |
|    | 3. 架橋型ジメチルポリシロキサン (注1)  | 15.0   |
|    | 4. デカメチルシクロペンタシロキサン   | 30.0   |
| 20 | 5. アルミニウムジルコニウムテトラクロロハイドレート                                       | 20.0   |
|    | 6. 香料   | 適量     |

(注1) 信越化学工業 (株) 製: KSG-15 (商品名)

(製造方法)

A: 成分1~4を混合した。

- 25 B: Aに成分5、6を加え、均一に分散した。

以上のようにして得られたロールオンタイプの制汗剤は、のびが軽く、清涼感があってさっぱりとして、べたつきや油感がなく、温度や経時による変化もなく、使用性も安定性も非常に優れているものであった。

実施例31.

W/O型制汗剤

(成分)		重量 (%)
1. 実施例 4 のペースト状組成物		9. 0
2. デカメチルシクロペンタシロキサン		7. 0
5 3. トリオクタン酸グリセリル		8. 0
4. 1, 3-ブチレングリコール		5. 0
5. クエン酸ナトリウム		0. 2
6. アルミニウムクロロハイドレート		20. 0
7. 香料		適 量
10 8. 精製水		50. 8

## (製造方法)

A : 成分 1 ~ 3 を混合した。

B : 成分 4 ~ 5 及び 8 を混合し、成分 6、7 を加え溶解した。

C : A に B を加え攪拌して乳化した。

- 15 以上のようにして得られた制汗剤は、のびが軽く、清涼感があってさっぱりとして、べたつきや油感がなく、温度や経時による変化もなく、使用性も安定性も非常に優れている W/O 型の制汗剤であった。

実施例 3 2.

W/O型UVカットクリーム

20	(成分)	重量 (%)
	1. シリコーン処理酸化亜鉛	20. 0
	2. アクリレート/ジメチルシリコーン共重合体 (注 1)	12. 0
	3. デカメチルシクロペンタシロキサン	20. 0
	4. トリオクタン酸グリセリル	3. 0
25	5. 実施例 2 のペースト状組成物	7. 0
	6. ポリエーテル変性シリコーン (注 2)	1. 0
	7. アルキル・ポリエーテル共変性シリコーン (注 3)	1. 0
	8. メトキシ桂皮酸オクチル	6. 0
	9. クエン酸ナトリウム	0. 2

10.	ジプロピレングリコール	3.0
11.	防腐剤	適量
12.	香料	適量
13.	精製水	26.8

- 5 (注1) 信越化学工業(株)製: KP-545 (商品名)  
 (注2) 信越化学工業(株)製: KF-6017 (商品名)  
 (注3) 信越化学工業(株)製: KF-6026 (商品名)  
 (製造方法)

A: 成分3の一部、及び4~8を混合した。

- 10 B: 成分9~11、13を混合し、Aに加えて攪拌乳化した。

C: 成分1、2及び3の残部を混合分散し、Bに成分12を加えて均一にした。

以上のようにして得られたUVカットクリームは、のびが軽くさっぱりとして、べたつきや油感がなく、透明感があり化粧持ちが良く、温度や経時による変化もなく、使用性も安定性も非常に優れているW/O型UVカットクリームであっ

- 15 た。

実施例33.

#### W/O型UVカット乳液

(成分) 重量(%)

	1. ジメチルポリシロキサン (6 mm <sup>2</sup> /秒 (25℃))	5.0
20	2. トリオクタン酸グリセリル	2.0
	3. 実施例1のペースト状組成物	6.0
	4. ポリエーテル変性シリコーン (注1)	1.0
	5. 酸化チタン/デカメチルシクロペンタシロキサン分散物 (注2)	30.0
	6. 酸化亜鉛/デカメチルシクロペンタシロキサン分散物 (注3)	30.0
25	7. ジプロピレングリコール	3.0
	8. クエン酸ナトリウム	0.2
	9. 防腐剤	適量
	10. 香料	適量
	11. 精製水	22.8



(注1) 信越化学工業(株) 製: KF-6017 (商品名)

(注2) 信越化学工業(株) 製: SPD-T1S (商品名)

(注3) 信越化学工業(株) 製: SPD-Z1 (商品名)

(製造方法)

5 A: 成分1~4を混合した。

B: 成分7~9、11を混合溶解し、Aに加えて攪拌乳化した。

C: 成分5、6、10をBに加えて均一にした。

以上のようにして得られたUVカット乳液は、のびが軽くさっぱりとして、べたつきや油感がなく、透明感があり化粧持ちが良く、温度や経時による変化もなく、使用性も安定性も非常に優れているW/O型UVカット乳液であった。

#### 実施例34

#### W/O型UVカット乳液

(成分)		重量 (%)
	1. 実施例1のペースト状組成物	3.0
15	2. 架橋型オルガノポリシロキサン (注1)	2.0
	3. ポリエーテル変性シリコーン (注2)	1.0
	4. ジメチルポリシロキサン ( $6\text{ mm}^2/\text{秒}$ ( $25^\circ\text{C}$ ))	5.0
	5. デカメチルシクロペンタシロキサン	5.0
	6. イソノナン酸イソトリデシル	4.0
20	7. 酸化チタン/デカメチルシクロペンタシロキサン分散物 (注3)	25.0
	8. 酸化亜鉛/デカメチルシクロペンタシロキサン分散物 (注4)	35.0
	9. ジプロピレングリコール	3.0
	10. クエン酸ナトリウム	0.2
	11. 塩化ナトリウム	0.5
25	12. 防腐剤	適量
	13. 香料	適量
	14. 精製水	22.8

(注1) 信越化学工業(株) 製: KSG-15 (商品名)

(注2) 信越化学工業(株) 製: KF-6028 (商品名)

(注3) 信越化学工業(株) 製: SPD-T1V (商品名)

(注4) 信越化学工業(株) 製: SPD-Z1S (商品名)

(製造方法)

A: 成分1~6を混合した。

5 B: 成分9~12、13を混合溶解した。

C: BをAに加えて攪拌乳化した。

D: 成分7、8、13をCに加えて均一にした。

以上のようにして得られたUVカット乳液は、のびが軽くさっぱりとして、べた

つきや油感がなく、しかもしっとりとして、透明感があり化粧持ちが良く、温度

10 や経時による変化もなく、使用性も安定性も非常に優れているW/O型UVカット乳液であることを確認した。

実施例35.

#### O/W型UVカットクリーム

(成分)

重量 (%)

15	1. 架橋型オルガノポリシロキサン (注1)	5.0
	2. イソオクタン酸セチル	5.0
	3. 実施例4のペースト状組成物	1.0
	4. 酸化チタン/デカメチルシクロペンタシロキサン分散物 (注2)	15.0
	5. ポリエーテル変性シリコーン (注3)	1.0
20	6. ポリエーテル変性シリコーン (注4)	1.0
	7. アクリル酸アミド系混合物 (注5)	2.0
	8. プロピレングリコール	5.0
	9. メチルセルロース (2%水溶液) (注6)	5.0
	10. 防腐剤	適量
25	11. 香料	適量
	12. 精製水	60.0

(注1) 信越化学工業(株) 製: KSG-18 (商品名)

(注2) 信越化学工業(株) 製: SPD-T1S (商品名)

(注3) 信越化学工業(株) 製: KF-6027 (商品名)

(注4) 信越化学工業(株)製:KF-6011(商品名)

(注5) セピック製:セピゲル 305(商品名)

(注6) 信越化学工業(株)製:メトローズSM-4000(商品名)

(製造方法)

5 A:成分5~8及び10、12を混合した。

B:成分1~3を加熱混合し、Aに加えて攪拌乳化した。

C:成分4をBに加え、さらに成分9、10を加えて均一にした。

以上のようにして得られたUVカットクリームは、のびが軽くさっぱりとして、べたつきや油感がなく、透明感があり化粧持ちが良く、温度や経時による変化

10 もなく、使用性も安定性も非常に優れているO/W型UVカットクリームであった。

実施例36.

#### 非水エマルション

(成分)

重量(%)

15	1. 架橋型ジメチルポリシロキサン(注1)	30.0
	2. デカメチルシクロペンタシロキサン	15.0
	3. ジメチルポリシロキサン(6mm <sup>2</sup> /秒(25℃))	7.0
	4. 実施例1のペースト状組成物	3.0
	5. ジメチルジステアリルアンモニウムヘクトライト	2.0
20	6. 塩化ナトリウム	0.1
	7. 1,3-ブチレングリコール	40.9

(注1) 信越化学工業(株)製:KSG-15(商品名)

(製造方法)

A:成分1~5を均一に混合した。

25 B:成分6、7を混合した。

C: BをAに加え均一に乳化した。

以上のようにして得られた非水エマルションは、のび広がりが高く、べたつきや油っぽさがなく、後肌のしっとりした、安定性の良い非水エマルションであることが確認された。

## 実施例 37.

W/O/W型クリーム

(成分)		重量 (%)
	1. イソオクタン酸セチル	5. 0
5	2. 実施例 1 のペースト状組成物	6. 0
	3. デカメチルシクロペンタシロキサン	5. 0
	4. ジオレイン酸メチルグルコース	1. 5
	5. イソヘキサデカン	3. 5
	6. 硫酸マグネシウム	0. 5
10	7. プロピレングリコール	5. 0
	8. 精製水	39. 5
	9. セチルアルコール	1. 0
	10. PEG-10 ソーヤセテロール	2. 0
	11. 防腐剤	適 量
15	12. 香料	適 量
	13. 精製水	31. 0

## (製造方法)

A : 成分 6 ~ 8 を混合した。

B : 成分 1 ~ 5 を混合し、A に加えて攪拌乳化した。

20 C : 成分 9 ~ 11 及び 13 を混合し、B を攪拌下、添加して乳化した。

D : C に成分 12 を加えて均一にした。

以上のようにして得られたクリームは、のびが軽くさっぱりとして、べたつきや油感がなく、透明感があり化粧持ちが良く、温度や経時による変化もなく、使用性も安定性も非常に優れている W/O/W 型クリームであった。

## 25 実施例 38.

O/W/O型乳液

(成分)		重量 (%)
	1. トリイソオクタン酸グリセリル	15. 0
	2. 実施例 3 のペースト状組成物	8. 0

	3. ショ糖モノステアレート	3. 0
	4. グリセリン	5. 0
	5. 1, 3-ブチレングリコール	5. 0
	6. 防腐剤	適 量
5	7. 精製水	60. 0
	8. マカデミアンナッツ油	2. 0
	9. セチルアルコール	2. 0
	10. 香料	適 量

(注1) 信越化学工業(株)製: KSG-21 (商品名)

#### 10 (製造方法)

A: 成分1~2を均一に混合した。

B: 成分3~7を加熱混合し、均一にした。

C: 成分8~10を加熱混合した。

D: Bを攪拌しながらCを加えて乳化し、冷却した。

15 D: Aを攪拌しながらDを加えて乳化した。

以上のようにして得られた乳液は、のびが軽くさっぱりとして、べたつきや油感がなく、透明感があり化粧持ちが良く、温度や経時による変化もなく、使用性も安定性も非常に優れているO/W/O型乳液であった。

実施例39.

#### 20 O/W/O型リキッドファンデーション

(成分) 重量 (%)

	1. 実施例2のペースト状組成物	7. 0
	2. デカン酸プロピレングリコール	5. 0
	3. ミリスチン酸イソプロピル	5. 0
25	4. 顔料	10. 0
	5. 卵黄由来水素添加リン脂質	1. 0
	6. グリセリン	2. 0
	7. 1, 3-ブチレングリコール	10. 0
	8. 防腐剤	適 量

9. 精製水	52.0
10. スクワラン	3.0
11. セチルアルコール	5.0
12. 香料	適量

5 (製造方法)

A: 成分1~3を均一に混合した。

B: 成分4~9を加熱混合し、均一にした。

C: 成分10~12を加熱混合した。

D: Bを攪拌しながらCを加えて乳化し、冷却した。

10 D: Aを攪拌しながらDを加えて乳化した。

以上のようにして得られたリキッドファンデーションは、のびが軽くさっぱりとして、べたつきや油感がなく、透明感があり化粧持ちが良く、温度や経時による変化もなく、使用性も安定性も非常に優れているO/W/O型リキッドファンデーションであった。

15 前記実施例の結果は、本発明のグリセリン誘導体を有するオルガノポリシロキサン重合体及び該重合体と液状油剤からなるペースト状組成物が、各種油剤に対する溶解性、乳化性が良く、安定に水を含むことができることを実証するものである。

20 また、本発明の精製処理を施したグリセリン誘導体を有する親水性オルガノポリシロキサン重合体及び該重合体と液状油剤からなるペースト状組成物は、長期保存、あるいは加熱放置された条件においてもpHが低下し難く、また、乳化系に配合された場合でも経時変化による異臭発生が大きく抑制されることが確認された。

25 更に、本発明のオルガノポリシロキサン重合体と液状油剤からなるペースト状組成物を配合した化粧料は、塗布時のべたつきや重さがなくさらさらして、のび広がりも軽く、後肌もさらとしたなめらかな感触、さらにしっとりとした後残りに優れている。これらの結果から本発明に従ってグリセリン誘導体を親水性官能基として使用することにより、軽い延びとさっぱりした使用感を有し、塗布する事により、適度な水分の蒸散を損なうことなく、柔軟性、平滑性、エモリエン

ト効果を付与し、自然なつやからマット感まで幅広い特性を与える等、使用性に優れ、良好な経時安定性を有する化粧料を得ることができることが確認された。

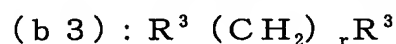
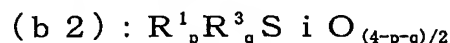
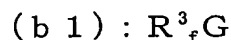
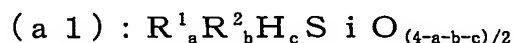
#### 産業上の利用可能性

- 5 本発明のグリセリン誘導体を有するオルガノポリシロキサン重合体、及び該重合体と液状油剤とからなるペースト状組成物は、ポリオキシアルキレン鎖を有する架橋型オルガノポリシロキサン重合体と比較して各種油剤に対する溶解性、乳化性が良く、安定に水を含むことができる。また、本発明の精製処理を施したグリセリン誘導体を有する親水性オルガノポリシロキサン重合体、及び該重合体と
- 10 液状油剤とからなるペースト状組成物は、ポリオキシアルキレン鎖を有する架橋型オルガノポリシロキサン重合体と比較して、長期保存、あるいは加熱放置された条件においてもpHが低下し難く、また、乳化系に配合された場合でも経時変化による異臭発生が大きく抑制される。このペースト状組成物を化粧料に配合した場合、その化粧料は経時安定性に優れ、シリコーン特有のさっぱり感と後肌の
- 15 しっとりとした感触に優れており、特にグリセリン誘導体を親水性官能基として使用しているので、保湿性が改善された化粧料を得ることができる。

## 請 求 の 範 囲

1. グリセリン誘導体を有するオルガノポリシロキサン重合物であって、自重  
と同重量以上の液状油を含んで膨潤することのできることを特徴とするオル  
5 ガノポリシロキサン重合物。

2. 下記一般式 (a 1) 及び/または (a 2) で表されるオルガノハイドロジ  
ェンポリシロキサンと、下記、一般式 (b 1) で表されるアルケニル基を  
有するグリセリン誘導体、一般式 (b 2) で表されるアルケニル基を有す  
るオルガノポリシロキサン及び (b 3) で表されるアルケニル基を有する  
10 炭化水素の中から選択された少なくとも1種の化合物との組み合わせのう  
ち、前記一般式 (a 1) または (b 1) で表される成分を必須成分として  
付加重合させてなる、請求の範囲第1項に記載されたオルガノポリシロキ  
サン重合物。

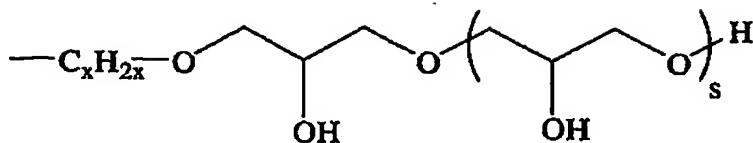


但し、式中の  $R^1$  は、それぞれ同じか又は異なってもよく、置換又は非  
置換の、炭素数1～30でアルケニル基を有しない1価炭化水素基であり  
20 、 $R^2$  はグリセリン誘導体Gを有する1価の基、 $R^3$  は炭素数2～20のア  
ルケニル基を表す。 $a$ 、 $b$ 、 $c$ 、 $d$ 、 $e$ 、 $p$  及び  $q$  はそれぞれ、 $1.0 \leq a \leq 2.3$ 、 $0.001 \leq b \leq 1.0$ 、 $0.001 \leq c \leq 1.0$ 、 $1.0 \leq d \leq 2.3$ 、 $0.001 \leq e \leq 1.0$ 、 $1.0 \leq p \leq 2.3$  及び  $0.001 \leq q \leq 1.0$  であって、 $1.5 \leq a + b + c \leq 2.6$ 、 $1.5 \leq d + e \leq 2.6$ 、 $1.5 \leq p + q \leq 2.6$  であり、 $f$  は2～10の整数、 $r$  は  
25 0～20の整数である。

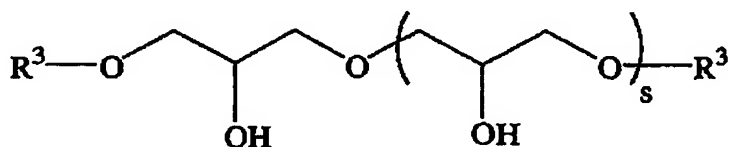
3. 一般式 (a 1) における  $R^2$  が下記一般式で表される、請求の範囲第2項に  
記載されたオルガノポリシロキサン重合物。但し、 $x$  は2～20の整数で



あり、s は 1 ～ 20 の整数である。



4. 一般式 (b 1) が下記一般式で表される請求の範囲第 2 項又は第 3 項に記載されたオルガノポリシロキサン重合体。但し、s は 1 ～ 20 の整数である。



5. 前記オルガノハイドロジェンポリシロキサン (a 1) を必須とし、これと、アルケニル基を有するグリセリン誘導体 (b 1) 及び／またはアルケニル基を有するオルガノポリシロキサン (b 2) とから成る請求の範囲第 2 項に記載されたオルガノポリシロキサン重合体。

6. 前記オルガノハイドロジェンポリシロキサン (a 2) とアルケニル基を有するグリセリン誘導体 (b 1) とから成る請求の範囲第 1 項～第 4 項の何れかに記載されたオルガノポリシロキサン重合体。

7. 請求の範囲第 1 項～第 6 項の何れかに記載されたグリセリン誘導体を有するオルガノポリシロキサン重合体に液状油剤を含ませ膨潤させてなるペースト状組成物。

8. 前記液状油剤が、シリコーン油、炭化水素油、エステル油、天然動植物油、及び半合成油から成る群から選択される少なくとも 1 種の油剤である、請求の範囲第 7 項に記載されたペースト状組成物。

9. 請求の範囲第 1 項～第 6 項に記載されたグリセリン誘導体を有するオルガノポリシロキサン重合体、並びに請求の範囲第 7 項及び第 8 項に記載されたペースト状組成物からなる群の中から選択された少なくとも 1 種に、有機酸、無機酸及び無機酸塩から成る群から選択される少なくとも 1 種の酸性物質を加え、次いで pH が 5 ～ 8 となるように塩基性中和剤を加えた後、加熱及び／又は減圧により揮発成分を除去してなる組成物。

10. 前記酸性物質及び前記塩基性中和剤から生成する塩が緩衝剤効果を有する、請求の範囲第9項に記載された組成物。
11. 前記酸性物質がクエン酸、乳酸、りんご酸、グルタミン酸、酒石酸、酢酸、グリシン、コハク酸及びリン酸二水素カリウムから成る群から選択される少なくとも1種であり、前記塩基性中和剤が炭酸ナトリウム、炭酸水素ナトリウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、リン酸水素二ナトリウム、及び酢酸ナトリウムから成る群から選択される少なくとも1種である、請求の範囲第9項又は第10項に記載された組成物。
12. 前記オルガノポリシロキサン重合体100重量部に対する前記酸性物質及び前記塩基性中和剤の割合がそれぞれ0.01～10重量部であり、前記酸性物質を加えた後に20～150℃で加熱し、更に前記塩基性中和剤を加えた後に20～150℃で加熱及び／又は減圧することにより揮発成分を除去することにより得られる、請求の範囲第9項～第11項の何れかに記載された組成物。
13. 請求の範囲第1項～第6項に記載された重合体、請求の範囲第7項及び第8項に記載されたペースト状組成物、並びに請求の範囲第9項～第11項に記載された組成物からなる群の中から選択された少なくとも1種をA)成分として配合してなる化粧品。
14. 更に、B)成分として油剤を含有する請求の範囲第13項に記載された化粧品。
15. 更に、C)成分として水を含有する請求の範囲第13項又は第14項に記載された化粧品。
16. 更に、D)成分として分子構造中にアルコール性水酸基を有する化合物を含有する、請求の範囲第13項請求項～第15項の何れかに記載された化粧品。
17. 更に、E)成分として水溶性あるいは水膨潤性高分子を含有する請求の範囲第13項～第16項の何れかに記載された化粧品。
18. 更に、F)成分として粉体及び／又は着色剤を含有する請求の範囲第13項～第17項の何れかに記載された化粧品。

- 1 9. 前記 F) 成分である粉体及び／又は着色剤の少なくとも一部が、ジメチル  
ポリシロキサンを架橋した構造を持つ架橋型球状ジメチルポリシロキサン  
微粉末、架橋型球状ポリメチルシルセスキオキサン微粉末、架橋型球状ポ  
リシロキサングム表面をポリメチルシルセスキオキサン粒子で被覆してな  
5 る微粉末のいずれかである請求の範囲第 1 8 項に記載された化粧料。
- 2 0. 更に、G) 成分として界面活性剤を含有する請求の範囲第 1 3 項～第 1 9 項  
の何れかに記載された化粧料。
- 2 1. 前記 G) 成分の界面活性剤が、分子中にポリグリセリン鎖を有する直鎖又  
は分岐状オルガノポリシロキサン、又はアルキル共変性オルガノポリシロ  
10 キサンである請求の範囲第 2 0 項に記載された化粧料。
- 2 2. 前記 G) 成分の界面活性剤の H L B が 2 ～ 8 である請求の範囲第 2 0 項又  
は第 2 1 項に記載された化粧料。
- 2 3. 更に、H) 成分として疎水性の架橋型オルガノポリシロキサン重合体と液状  
油剤とからなる組成物を含有する請求の範囲第 1 3 項～第 2 2 項の何れか  
15 に記載された化粧料。
- 2 4. 更に、I) 成分としてシリコーン樹脂を含有する請求の範囲第 1 3 項～第 2  
3 項の何れかに記載された化粧料。
- 2 5. 前記 I) 成分のシリコーン樹脂が、アクリルシリコーン樹脂である請求の  
範囲第 2 4 項に記載された化粧料。
- 20 2 6. 前記 I) 成分のシリコーン樹脂が、ピロリドン基、長鎖アルキル基、ポリ  
オキシアルキレン基、フルオロアルキル基、カルボキシ基のアニオン性基  
の中から少なくとも一つ選択された有機基を分子中に含有するアクリルシ  
リコーン樹脂である請求の範囲第 2 4 項又は第 2 5 項に記載された化粧料  
。
- 25 2 7. 前記 I) 成分が、 $R^1_3SiO_{0.5}$  単位と  $SiO_2$  単位とから構成されるシリ  
コーン樹脂、 $R^1_3SiO_{0.5}$  単位と  $R^1_2SiO$  単位と  $SiO_2$  単位とから構成さ  
れるシリコーン樹脂、 $R^1_3SiO_{0.5}$  単位と  $R^1SiO_{1.5}$  単位とから構成され  
るシリコーン樹脂、 $R^1_3SiO_{0.5}$  単位と  $R^1_2SiO$  単位と  $R^1SiO_{1.5}$  単位  
とから構成されるシリコーン樹脂、並びに  $R^1_3SiO_{0.5}$  単位、 $R^1_2SiO$  単

位、 $R^1SiO_{1.5}$  単位、及び  $SiO_2$  単位から構成されるシリコーン樹脂から成る群から選択される少なくとも 1 種のシリコーン樹脂である、請求の範囲第 24 項に記載された化粧料。

28. 前記 I) 成分が、ピロリドン基、長鎖アルキル基、ポリオキシアルキレン基、フルオロアルキル基、アミノ基の中から少なくとも一つ選択された有機基を分子中に含有するシリコーン樹脂である請求の範囲第 24 項～第 27 項の何れかに記載された化粧料。

29. 請求の範囲第 13 項～第 28 項の何れかに記載された化粧料を配合してなるスキンケア化粧料。

30. 請求の範囲第 13 項～第 28 項の何れかに記載された化粧料を配合してなるメイクアップ化粧料。

31. 請求の範囲第 13 項～第 28 項の何れかに記載された化粧料を配合してなる頭髮化粧料。

32. 請求の範囲第 13 項～第 28 項の何れかに記載された化粧料を配合してなる制汗剤化粧料。

33. 請求の範囲第 13 項～第 28 項の何れかに記載された化粧料を配合してなる紫外線防御化粧料。

34. 請求の範囲第 13 項～第 33 項の何れかに記載された化粧料を配合してなり、その形状が、液状、乳液状、クリーム状、固形状、ペースト状、ゲル状、粉末状、プレス状、多層状、ムース状、スプレー状、又はスティック状である化粧料。

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP03/11613

<b>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b> Int.Cl <sup>7</sup> C08G77/48, C08G77/46, C08L83/14, C08L83/12, A61K7/00, A61K7/02, A61K7/027, A61K7/032, A61K7/06, A61K7/38, A61K7/48 According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC																	
<b>B. FIELDS SEARCHED</b> Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) Int.Cl <sup>7</sup> C08G77/00-77/62, C08L83/00-83/16, A61K7/00-7/50 Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2003 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2003 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2003 Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) WPI/L, CAS ONLINE																	
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Category*</th> <th>Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages</th> <th>Relevant to claim No.</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>P, X</td> <td>WO 03/020828 A1 (SHIN-ETSU CHEMICAL CO., LTD.), 13 March, 2003 (13.03.03),</td> <td>1-2, 6-20, 22-34</td> </tr> <tr> <td>P, A</td> <td>Claims 1 to 36; particularly, incase that X is zero in the general formula (B2); composition 7 (Family: none)</td> <td>3-5, 21</td> </tr> <tr> <td>X</td> <td>WO 01/92375 A1 (SHIN-ETSU CHEMICAL CO., LTD.), 06 December, 2001 (06.12.01),</td> <td>1-2, 6-8, 13-18, 20, 22-34</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>Claims 1 to 37; particularly, incase that X is zero in the general formula (B2); example 6 &amp; JP 2001-342255 A &amp; EP 1291376 A1 &amp; US 2003/0199660 A1</td> <td>3-5, 9-12, 19, 21</td> </tr> </tbody> </table>			Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.	P, X	WO 03/020828 A1 (SHIN-ETSU CHEMICAL CO., LTD.), 13 March, 2003 (13.03.03),	1-2, 6-20, 22-34	P, A	Claims 1 to 36; particularly, incase that X is zero in the general formula (B2); composition 7 (Family: none)	3-5, 21	X	WO 01/92375 A1 (SHIN-ETSU CHEMICAL CO., LTD.), 06 December, 2001 (06.12.01),	1-2, 6-8, 13-18, 20, 22-34	A	Claims 1 to 37; particularly, incase that X is zero in the general formula (B2); example 6 & JP 2001-342255 A & EP 1291376 A1 & US 2003/0199660 A1	3-5, 9-12, 19, 21
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.															
P, X	WO 03/020828 A1 (SHIN-ETSU CHEMICAL CO., LTD.), 13 March, 2003 (13.03.03),	1-2, 6-20, 22-34															
P, A	Claims 1 to 36; particularly, incase that X is zero in the general formula (B2); composition 7 (Family: none)	3-5, 21															
X	WO 01/92375 A1 (SHIN-ETSU CHEMICAL CO., LTD.), 06 December, 2001 (06.12.01),	1-2, 6-8, 13-18, 20, 22-34															
A	Claims 1 to 37; particularly, incase that X is zero in the general formula (B2); example 6 & JP 2001-342255 A & EP 1291376 A1 & US 2003/0199660 A1	3-5, 9-12, 19, 21															
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/> See patent family annex.																	
<table border="0"> <tr> <td>           * Special categories of cited documents:            "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance            "E" earlier document but published on or after the international filing date            "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)            "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means            "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed         </td> <td>           "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention            "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone            "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art            "&amp;" document member of the same patent family         </td> </tr> </table>			* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family													
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family																
Date of the actual completion of the international search 12 December, 2003 (12.12.03)		Date of mailing of the international search report 24 December, 2003 (24.12.03)															
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office		Authorized officer															
Facsimile No.		Telephone No.															

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP03/11613

## C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2001-261835 A (Wacker Chemie GmbH.), 26 September, 2001 (26.09.01), Claims 1 to 24; particularly, Claim 2; Par. No. [0024] & EP 1132430 A1 & US 6365670 B1	1-34
A	JP 57-149290 A (SHIN-ETSU CHEMICAL CO., LTD.), 14 September, 1982 (14.09.82), Claims & US 4431789 A	1-34
A	JP 2000-38311 A (L'Oreal), 08 February, 2000 (08.02.00), Claims 1 to 13 & EP 966945 A1 & US 6150311 A	1-34
A	JP 4-272932 A (SHIN-ETSU CHEMICAL CO., LTD.), 29 September, 1992 (29.09.92), Claims 1 to 3 & EP 501791 A1 & US 5236986 A	1-34
A	JP 5-140320 A (SHIN-ETSU CHEMICAL CO., LTD., Kose Corp.), 08 June, 1993 (08.06.93), Claims 1 to 3 (Family: none)	1-34
A	JP 9-136813 A (Kose Corp.), 27 May, 1997 (27.05.97), Claims 1 to 4 (Family: none)	1-34
A	JP 64-30633 A (Dow Corning Corp.), 01 February, 1989 (01.02.89), Claims 1 to 9 & EP 298402 A2 & US 4853474 A	1-34
A	JP 9-71504 A (Kose Corp., SHIN-ETSU CHEMICAL CO., LTD.), 18 March, 1997 (18.03.97), Claim 1 (Family: none)	1-34
A	JP 4-20531 A (SHIN-ETSU CHEMICAL CO., LTD.), 24 January, 1992 (24.01.92), Claims 1 to 5 (Family: none)	1-34
A	JP 9-278892 A (KAO CORP.), 28 October, 1997 (28.10.97), Claims 1 to 6 (Family: none)	1-34

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP03/11613

## C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
E, A	WO 03/080712 A1 (KAO CORP.), 02 October, 2003 (02.10.03), Claims (Family: none)	1-34

## A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl<sup>7</sup> C08G 77/48, C08L 83/14, A61K 7/00, A61K 7/032, A61K 7/48,  
C08G 77/46, C08L 83/12, A61K 7/02, A61K 7/06,  
A61K 7/027, A61K 7/38,

## B. 調査を行った分野

## 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl<sup>7</sup> C08G 77/00-77/62, A61K 7/00-7/50,  
C08L 83/00-83/16,

## 最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996年  
日本国公開実用新案公報 1971-2003年  
日本国実用新案登録公報 1996-2003年  
日本国登録実用新案公報 1994-2003年

## 国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

WPI/L  
CAS ONLINE

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
PX	WO 03/020828 A1 (SHIN-ETSU CHEMICAL CO., LTD.)	1-2, 6-20,
PA	2003.03.13, 請求の範囲1~36 (特に、一般式(B2)において x=ゼロの場合), 「組成物7.」(ファミリーなし)	22-34 3-5, 21
X	WO 01/92375 A1 (SHIN-ETSU CHEMICAL CO., LTD.)	1-2, 6-8, 13-18,
A	2001.12.06, 請求の範囲1~37 (特に、一般式(B2)において x=ゼロの場合), 「実施例6」& JP 2001-342255 A & EP 1291376 A1 & US 2003/0199660 A1	20, 22-34 3-5, 9-12, 19, 21

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの  
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの  
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)  
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献  
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

## の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの  
「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの  
「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの  
「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

12.12.03

国際調査報告の発送日

24.12.03

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)  
郵便番号100-8915  
東京都千代田区飯が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

前田 孝泰



4J

9456

電話番号 03-3581-1101 内線 3457



C (続き). 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP 2001-261835 A (ワッカーケミ ゲゼルシャフト ミット ベシュレンクテル ハフツング) 2001.09.26, 請求項1~24(特に、請求項2), 段落[0024] &EP 1132430 A1&US 6365670 B1	1-34
A	JP 57-149290 A(信越化学工業株式会社) 1982.09.14, 特許請求の範囲&US 4431789 A	1-34
A	JP 2000-38311 A(ロレアル) 2000.02.08, 請求項1~13 &EP 966945 A1&US 6150311 A	1-34
A	JP 4-272932 A(信越化学工業株式会社) 1992.09.29, 請求項1~3 &EP 501791 A1&US 5236986 A	1-34
A	JP 5-140320 A(信越化学工業株式会社・株式会社コーセー) 1993.06.08, 請求項1~3(ファミリーなし)	1-34
A	JP 9-136813 A(株式会社コーセー) 1997.05.27, 請求項1~4(ファミリーなし)	1-34
A	JP 64-30633 A(ダウ・コーニング・コーポレーション) 1989.02.01, 請求項1~9 &EP 298402 A2&US 4853474 A	1-34
A	JP 9-71504 A(株式会社コーセー・信越化学工業株式会社) 1997.03.18, 請求項1(ファミリーなし)	1-34
A	JP 4-20531 A(信越化学工業株式会社) 1992.01.24, 請求項1~5(ファミリーなし)	1-34
A	JP 9-278892 A(花王株式会社) 1997.10.28, 請求項1~6(ファミリーなし)	1-34
EA	WO 03/080712 A1(KAO CORPORATION) 2003.10.02, 請求の範囲(ファミリーなし)	1-34